ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 8.997— 2021**

## Государственная система обеспечения единства измерений

# АЛГОРИТМЫ ОЦЕНКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРИ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ В ОБЛАСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» и Частным учреждением «Атом-стандарт»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 053 «Основные нормы и правила по обеспечению единства измерений»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 апреля 2021 г. № 272-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2021

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 и сокращения . . . . . 2
4 Общие положения . . . . . 5
5 Экспериментально-расчетный способ . . . . . 9
6 Установление составляющей погрешности, обусловленной факторами в условиях воспроизводимости . . . . . 19
7 Установление показателя правильности методики (метода) измерений . . . . . 28
8 Установление интервальной оценки суммарной погрешности методики (метода) измерений (показателя точности) . . . . . 33
9 Экспериментальный способ установления характеристик погрешности методик (методов) измерений . . . . . 34
10 Особенности установления характеристик погрешности для разных видов методик (методов) измерений . . . . . 36
10.1 Методики количественного химического анализа . . . . . 36
10.2 Методики измерений при испытаниях . . . . . 38
10.3 Методики измерений при измерительном контроле . . . . . 39
10.4 Методики измерений при контроле измерительно-преобразовательного типа . . . . . 39
10.5 Методики измерений при контроле альтернативного типа . . . . . 40
10.6 Методики измерений при контроле дефектов материалов и изделий . . . . . 41
11 Оценка метрологических характеристик методик (методов) измерений при косвенных измерениях . . . . . 41
12 Оценка метрологических характеристик методик радиационного контроля . . . . . 42
Приложение А (справочное) Терминологические пояснения . . . . . 43
Приложение Б (рекомендуемое) Примеры аттестации методик (методов) измерений . . . . . 44
Приложение В (справочное) Проверка на нормальность по *W*-критерию . . . . . 56
Приложение Г (справочное) Проверка на нормальность по составному критерию . . . . . 60
Приложение Д (справочное) Критерий Колмогорова . . . . . 62
Приложение Е (справочное) Анормальные результаты . . . . . 64
Приложение Ж (справочное) Критерии проверки однородности дисперсий . . . . . 65
Приложение И (справочное) Сравнение двух независимых выборок по Колмогорову и Смирнову . . . . . 67
Приложение К (справочное) Построение функциональной зависимости между двумя величинами . . . . . 68
Приложение Л (справочное) Значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, $\chi^2$, Фишера, Кохрена и их аналогов . . . . . 70
Приложение М (справочное) Доверительные пределы некоторых классов распределений . . . . . 75
Приложение Н (справочное) Доверительные пределы для параметра распределения Пуассона . . . . 76
Приложение П (рекомендуемое) Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики . . . . . 78
Приложение Р (справочное) Методики (методы) измерений с неустойчивой погрешностью . . . . . 80
Библиография . . . . . 81

## Введение

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

Настоящий стандарт гармонизирован с ГОСТ Р 8.932, устанавливающим общие требования к методикам (методам) измерений. Стандарт также гармонизирован с ГОСТ Р 8.933 в части использования метрологических характеристик методик (методов) измерений (см. перечисление а) 4.1.2) и ГОСТ Р 8.984 — в части контроля качества измерений (см. перечисление б) 4.1.2). Стандарт содержит дополнительную информацию (значения квантилей для различных распределений погрешности), позволяющую более эффективно использовать ГОСТ Р 8.984.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Государственная система обеспечения единства измерений**

# АЛГОРИТМЫ ОЦЕНКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРИ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ В ОБЛАСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ

State system for ensuring the uniformity of measurements. Algorithms for evaluating metrological characteristics in certification of measurement procedures in the field of the use of atomic energy

**Дата введения — 2021—10—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы оценки метрологических характеристик методик (методов) измерений (в т. ч. методик количественного химического анализа, методик измерений при испытаниях и методик измерений при измерительном контроле).

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

Настоящий стандарт предназначен для использования метрологическими службами, экспертами по аттестации методик и специалистами измерительных и испытательных лабораторий предприятий Госкорпорации «Росатом».

Настоящий стандарт разработан с учетом и в развитие требований ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р 8.932, ГОСТ Р 8.933, ГОСТ Р 8.984, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.009 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений

ГОСТ 8.051 Государственная система обеспечения единства измерений. Погрешности, допускаемые при измерении линейных размеров до 500 мм

ГОСТ 8.638 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическое обеспечение радиационного контроля. Основные положения

ГОСТ 34100.3/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.736—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения

ГОСТ Р 8.932—2017 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к методикам (методам) измерений в области использования атомной энергии. Основные положения

ГОСТ Р 8.933 Государственная система обеспечения единства измерений. Установление и применение норм точности измерений и приемочных значений в области использования атомной энергии

**Издание официальное**

ГОСТ Р 8.984—2019 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества измерений в области использования атомной энергии

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

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

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1

**методика (метод) измерений:** Совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности.

[[1], статья 2, перечисление 11]

3.1.2

**аттестация методик (методов) измерений:** Исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям.

[[1], статья 2, перечисление 1]

3.1.3

**результат (измерения величины):** Множество значений величины, приписываемых измеряемой величине вместе с любой другой доступной и существенной информацией.

[[2], статья 5.1]

3.1.4

**истинное значение (величины):** Значение величины, которое соответствует определению измеряемой величины.

[[2], статья 5.4]

3.1.5

**опорное значение (величины):** Значение величины, которое используют в качестве основы для сопоставления со значениями величин того же рода.

[[2], статья 5.3]

3.1.6

**погрешность (результата измерения):** Разность между измеренным значением величины и опорным значением величины.

[[2], статья 5.16]

3.1.7

**неопределенность (измерений):** Неотрицательный параметр, характеризующий рассеяние значений величины, приписываемых измеряемой величине на основании измерительной информации.

[[2], статья 5.34]

Примечания

1 В настоящем стандарте далее использован термин «погрешность».

2 Выражение метрологических характеристик методик (методов) измерений в терминах неопределенности вместо характеристик погрешности установлено в ГОСТ Р 8.932—2017 (пункт 6.1.4) и в А.7 (приложение А).

3.1.8

**правильность измерений:** Близость среднего арифметического бесконечно большого числа повторно измеренных значений величины к опорному значению величины.

[[2], статья 5.8]

3.1.9

**точность измерений:** Близость измеренного значения к истинному значению измеряемой величины.

[[2], статья 5.7]

3.1.10

**показатель точности измерений:** Установленная характеристика точности любого результата измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений.

[ГОСТ Р 8.563—2009, пункт 3.4]

Примечание — В настоящем стандарте применен также термин «метрологические характеристики МВИ», использованный в [3].

3.1.11

**случайная погрешность (измерения):** Составляющая погрешности измерения, изменяющаяся случайным образом (по знаку и значению) при повторных измерениях, проведенных в определенных условиях.

[[2], статья 5.17]

3.1.12

**систематическая погрешность (измерения):** Составляющая погрешности измерения, остающаяся постоянной или же закономерно изменяющаяся при повторных измерениях одной и той же величины.

[[2], статья 5.19]

3.1.13

**прецизионность измерений:** Близость между показаниями или измеренными значениями величины, полученными при повторных измерениях для одного и того же или аналогичных объектов при заданных условиях.

[[2], статья 5.9]

3.1.14

**воспроизводимость (измерений):** Прецизионность измерений в условиях воспроизводимости измерений.

[[2], статья 5.15]

3.1.15 **полная воспроизводимость:** Воспроизводимость, обусловленная всеми влияющими на результат измерения факторами.

Примечание — Понятие использовано в ГОСТ Р 8.932—2017 (подраздел 7.9). Аналогично термину «воспроизводимость», настоящий термин введен для пояснения классификации видов воспроизводимости.

3.1.16 **частичная воспроизводимость:** Воспроизводимость, обусловленная вариацией всех факторов, формирующих разброс результатов измерений при применении методики измерений в конкретной лаборатории.

Примечание — Понятие использовано в ГОСТ Р 8.932—2017 (подраздел 7.9). Настоящий термин аналогичен термину «внутрилабораторная прецизионность» [4], статья 3.1.6.

3.1.17 **чистая воспроизводимость:** Воспроизводимость измерений, обусловленная всеми влияющими на нее факторами, за исключением факторов, влияющих на сходимость измерений.

Примечание — Понятие использовано в ГОСТ Р 8.932—2017 (подраздел 7.9). Настоящий термин аналогичен термину «межлабораторная воспроизводимость» ГОСТ Р ИСО 5725-1.

3.1.18

**повторяемость измерений:** Прецизионность измерений в условиях повторяемости измерений.

Примечание — Наряду с термином «повторяемость измерений» используется термин «сходимость измерений».

[[2], статья 5.11]

Примечание — В настоящем стандарте далее использован термин «сходимость».

3.1.19 **параллельные определения:** Многократное проведение в условиях сходимости всей совокупности операций (включая операции подготовки образца или навески к измерению), предусмотренных методикой (методом) измерений, заканчивающееся вычислением результата.

3.1.20

**косвенное измерение:** Измерение, при котором искомое значение величины определяют на основании результатов прямых измерений других величин, функционально связанных с искомой величиной.

[[2], статья 4.20]

3.1.21 **приписанная характеристика погрешности измерений:** Характеристика погрешности любого результата совокупности измерений, полученного при соблюдении требований и правил методики (метода) измерений.

Примечание — Как правило, приводят в свидетельстве об аттестации методики (метода) измерений.

3.1.22 **гистерезис:** Разность между двумя математическими ожиданиями информативного параметра выходного сигнала средства измерений, получающимися при измерениях величины, имеющей одно и то же значение, с плавным медленным подходом к этому значению со стороны меньших и больших значений.

3.1.23 **метролог:** Специалист (группа специалистов), осуществляющий планирование экспериментальных исследований, контроль за их проведением, обработку результатов, необходимые расчеты и оформляющий отчет (протокол) об аттестации методик (методов) измерений или осуществляющий метрологическую экспертизу материалов аттестации методик (методов) измерений.

3.1.24 **нормируемые метрологические характеристики:** Метрологические характеристики, устанавливаемые нормативными правовыми актами и документами по стандартизации.

Примечание — Алгоритмы оценки метрологических характеристик в настоящем стандарте приведены для нормируемых метрологических характеристик и их составляющих.

3.1.25

**методика измерений при испытаниях;** МВИс: Методика (метод) измерений, обеспечивающая получение количественных результатов испытаний с установленными показателями точности.

[ГОСТ Р 8.932—2017, пункт 3.1.11]

3.1.26

**методика измерений при измерительном контроле;** МВИк: Методика (метод) измерений, обеспечивающая получение результатов измерительного контроля с установленными показателями точности измерений или показателями достоверности контроля.

[ГОСТ Р 8.932—2017, пункт 3.1.12]

3.1.27

**методика количественного химического анализа;** МКХА: Методика (метод) измерений, обеспечивающая получение результатов измерений величин, характеризующих состав исследуемого (анализируемого) объекта.

Примечания

1 В области использования атомной энергии под МКХА понимаются МВИ характеристик состава (химического, изотопного, фазового и т. д.).

2 Для МКХА наряду с терминами «измерение», «результат измерения» допускается применение терминов «анализ», «результат анализа».

[ГОСТ Р 8.932—2017, пункт 3.1.13]

3.1.28 **методика с неустойчивой погрешностью:** Методика любого типа, чувствительная к условиям проведения измерений.

3.1.29 **методика измерений при контроле измерительно-преобразовательного типа:** Методика измерений при контроле, результат контроля для которой выражается числовым значением.

3.1.30 **методика измерений при контроле альтернативного типа:** Методика измерений при контроле, результат контроля для которой выражается положительным или отрицательным решением.

3.1.31 **методика измерений при контроле дефектов материалов и изделий:** Методика измерений при контроле, результат контроля для которой может быть как по измерительно-преобразовательному, так и по альтернативному типу.

3.1.32 **глобальный риск производителя;** риск производителя: Вероятность того, что на основании выполненного в будущем результата измерения соответствующий объект будет забракован.

Примечание — Терминологические пояснения приведены в приложении А.

3.2 В настоящем стандарте использованы следующие сокращения:

ИВС — источник входного сигнала;

ИСП — инструментальная составляющая погрешности;

МВИ — методика (метод) измерений;

МВИк — методика измерений при измерительном контроле;

МВИс — методика измерений при испытаниях;

МКХА — методика количественного химического анализа;

МНК — метод наименьших квадратов;

МХ — метрологические характеристики;

МРК — методика радиационного контроля;

НД — нормативный документ;

ПСС — пропорциональная систематическая составляющая погрешности;

СИ — средство измерений;

СКО — среднее квадратическое отклонение;

СО — стандартный образец;

ТД — техническая документация;

ЭД — экспериментальные данные.

## 4 Общие положения

### 4.1 Цель аттестации МВИ

4.1.1 Целью аттестации МВИ является установление ее метрологических характеристик, проверка их соответствия установленной норме точности в НД и ТД на объект измерения, установление процедур контроля качества измерений, а также расчет нормативов внутреннего оперативного контроля качества результатов измерений.

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

а) принятия решений:

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

б) обеспечения соответствия действительных значений МХ приписанным значениям с принятой доверительной вероятностью.

### 4.2 Источники погрешности

4.2.1 В основную расчетную формулу

$$X = f(a_1, a_2, \ldots, a_N) \quad (4.1)$$

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

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

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

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

характеристики объекта средством измерений с известными показателями точности следует учитывать, что погрешность измерения величины $a$ определяется не только характеристиками погрешности применяемого СИ, но и другими влияющими факторами, например неоднородностью объекта измерений.

4.2.2 В самом общем случае МВИ включает следующие процедуры:

- подготовки объекта к измерениям (например, пробоподготовка);
- воздействия на объект испытаний (для методик при испытаниях — МВИс, ГОСТ Р 8.932);
- подготовки средств измерений (настройка, градуировка);
- проведения измерений, в результате которых будут получены результаты промежуточных измерений (измерительных преобразований);
- обработки результатов промежуточных измерений и получение итогового результата измерений.

Для методик измерений при измерительном контроле (МВИк) (см. ГОСТ Р 8.932) к этим процедурам добавляется процедура принятия решения путем сравнения результата измерений с установленными нормами.

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

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

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

### 4.3 Структура и нормирование погрешности

4.3.1 Структура погрешности МВИ разных видов — по ГОСТ Р 8.932.

4.3.2 Для целей применения МХ МВИ [см. 4.1.2, перечисление а)] выделяют три компоненты (характеристики) погрешности измерений $\Delta$:

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

В зависимости от назначения МВИ $\theta$ может быть разбита на две или более компоненты.

4.3.3 Для целей контроля МХ МВИ [см. 4.1.2, перечисление а)] факторы, влияющие на $\theta$, чистой воспроизводимости $f_{вс\text{-}сх}$ и правильности $f_{пр}$ могут быть разбиты на несколько групп (см. ГОСТ Р 8.984).

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

$$f_{вс\text{-}сх} = f_{вс\text{-}сх,\ вл} \cdot f_{вс\text{-}сх,\ мл}. \quad (4.3)$$

4.3.4 Общие способы нормирования и представления МХ МВИ — по ГОСТ Р 8.984.

4.3.5 МХ МВИ должны быть определены во всем аттестуемом диапазоне измерений. Разбиение диапазона на несколько поддиапазонов рекомендуется проводить так, чтобы приписанные значения МХ МВИ отличались для соседних поддиапазонов не более чем в три раза (данное соотношение установлено эмпирически).

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

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

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

### 4.4 Способы определения характеристик погрешности

4.4.1 ГОСТ 34100.3 классифицирует составляющие неопределенности измерений по способу их определения на два типа: тип А — составляющие, которые оценивают путем применения статистических методов, тип В — составляющие, которые оценивают другими способами. В настоящем стандарте используют такой же подход к классификации составляющих погрешности измерений по способу их определения.

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

4.4.2.1 Случайную составляющую погрешности измерений в условиях сходимости $\varepsilon_{сх}$ определяют по типу А.

4.4.2.2 Основным способом определения $\varepsilon_{сх}$ является способ прямого получения серий результатов измерений (параллельных определений) величин X по формуле (4.1) и оценки характеристик случайной составляющей погрешности по рассеиванию этих результатов. Основанием для этого способа является то обстоятельство, что в большинстве случаев влияние многих факторов (см. 4.2.1) невозможно учесть расчетным путем. Этот способ описан в разделе 5.

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

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

Исключение составляют МВИ, специально предназначенные для определения характеристик неоднородности распределенных параметров.

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

**4.4.3 Определение составляющей погрешности, обусловленной факторами воспроизводимости**

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

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

4.4.3.2 Достоинством способа определения θ полностью по типу А является простота математических вычислений, легко поддающихся программированию. Недостатком схемы является необходимость полной рандомизации всех факторов, влияющих на величину θ, что требует очень большого объема экспериментов. Реальный же объем экспериментов не дает гарантии полной рандомизации, что приводит к занижению оценки погрешности. Примером определения θ полностью по типу А является изложенная в ГОСТ Р ИСО 5725-2 схема многофакторного дисперсионного анализа (см. раздел 9).

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

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

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

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

**4.4.4 Определение составляющей погрешности, характеризующей правильность измерений**

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

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

Примечание — Указанные в 4.4.4 методы описаны в разделе 7.

**4.5 Достоверность оценок погрешности**

4.5.1 В настоящем стандарте принят подход, аналогичный подходу в [5], — вероятность того, что истинное значение составляющей погрешности превысит приписанное значение, должна быть не более 5 %.

Примечание — Понятие достоверности оценок погрешности связано с тем, что составляющие погрешности не могут быть определены абсолютно точно. Практически всегда определяются лишь их оценки. Так, например, все оценки погрешности, определенные по типу А, сами являются случайными величинами и имеют отличную от нуля дисперсию. В связи с этим возникает вопрос, а какова должна быть «погрешность оценки погрешности»? Ответ на этот вопрос связан с понятием пренебрежимо малой погрешности — относительная «погрешность оценки погрешности» составляет от 5 % до 30 %. Эти цифры неявно присутствуют во множестве нормативных документов по метрологии («неписаное правило» метрологии). Данный («консервативный») подход принят в отрасли с 1988 г. и успешно себя зарекомендовал. Этот подход учитывает, с одной стороны, особенности отрасли — важность получения и использования достоверных результатов измерений. С другой стороны этот подход коррелирован с «неписаным правилом» метрологии. Практически применение «консервативного» подхода заключается в том, что при оценивании погрешностей по типу А в качестве приписанного значения составляющей погрешности берут верхнюю границу соответствующего доверительного интервала для $P = 0{,}95$ (в случае СКО сходимости это обеспечивается умножением оценки выборочного СКО на коэффициент æ, см. раздел 5). При оценивании погрешностей по типу В, если недостаточно данных, принимают наихудший случай (в качестве приписанного берут верхнюю оценку погрешности; если неизвестен закон распределения погрешности, распределение считают равномерным и т. д.).

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

Примечание — Почти все нормативные документы по метрологии рассматривают только нормальный закон распределения исходных результатов измерений. Возникающие из-за этого «погрешности оценки погрешности» для некоторых МВИ могут достигнуть 100 %.

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

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

Примечание — Данное положение соответствует ГОСТ Р 8.932.

### 4.6 Взаимосвязь с другими нормативными документами

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

4.6.2 Общие подходы к определению составляющих погрешности измерений аналогичны ГОСТ 34100.3.

Примечание — В настоящем стандарте используют традиционный термин «погрешность», поскольку МХ погрешности и МХ неопределенности для целей настоящего стандарта отличаются несущественно.

## 5 Экспериментально-расчетный способ

### 5.1 Алгоритм исследований

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

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

б) сбор архивных данных в аттестуемом диапазоне МВИ;

в) определение точек диапазона для набора статистических данных;

г) сбор статистических данных;

д) обработка статистических и архивных данных:

1) определение закона распределения результатов и исключение грубых промахов;

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

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

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

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

е) расчет чистой воспроизводимости МВИ (в общем случае):

1) погрешности пробоподготовки;

2) инструментальной составляющей погрешности;

3) погрешности градуировочной характеристики;

4) погрешности констант, входящих в расчетные формулы;

5) погрешности от влияющих факторов;

ж) определение значимости систематической составляющей погрешности МВИ:

1) с использованием независимой, более точной МВИ;

2) с использованием стандартных образцов;

3) методом добавок;

4) методом пропорционального изменения измеряемого параметра;

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

6) методом экспертных оценок;

7) косвенным методом;

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

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

л) расчет нормативов оперативного контроля МВИ.

### 5.2 Определение количества объектов аттестации. Моделирование искусственных объектов

В том случае, если МВИ предназначена для измерений контролируемого(ых) параметра (параметров) в нескольких видах объектов, отличающихся степенью гомогенности, а также другими факторами, которые могут повлиять на погрешность результата измерений, необходимо принять решение о том, насколько характеристики погрешности МВИ для разных объектов измерений могут отличаться друг от друга. Такое решение принимают исходя из экспериментальных данных, полученных при разработке МВИ, — сравнивают характеристики погрешности, полученные для одной и той же величины измеряемого параметра в разных объектах измерений. В случае значимого отличия (степень значимости определяют исходя из назначения МВИ, рекомендуемым общим критерием является положение о том, что значимое отличие — это отличие более чем в 1,3 раза) характеристики погрешности устанавливают для каждого объекта измерений. В случае, если аттестация МВИ происходит одновременно с разработкой МВИ, характеристики погрешности также устанавливают для каждого объекта измерений. Если отличие характеристик погрешности МВИ для разных объектов измерений МВИ незначимо (или есть теоретические основания полагать, что они незначимы), аттестацию проводят на одном объекте измерений.

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

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

### 5.3 Сбор архивных данных в аттестуемом диапазоне МВИ

Архивные данные представляют собой результаты измерений реальных объектов по аттестуемой МВИ. Для статистической обработки ценность представляют результаты параллельных определений (или их аналоги). При обработке этих данных с целью определения характеристик погрешности следует учесть, что каждый из них получен в условиях сходимости. Совместная обработка результатов архивных данных представляет собой определенную сложность, т. к. СКО сходимости, полученные на малом количестве параллельных определений, имеют большую погрешность. При объединении в одну группу СКО архивных результатов измерений делают предположение о том, что интервал значений измеряемого параметра, в который входят архивные данные, можно характеризовать одним значением дисперсии. Рекомендуется объединять в одну группу такие СКО, для которых значения измеряемых параметров отличаются не более чем в три раза. Использовать архивные данные для аттестации МВИ следует с особой осторожностью, т. к. вследствие большой погрешности рассчитанных по ним значений СКО (из-за малого количества параллельных определений) применение к этим СКО строгого математического подхода неэффективно, и метрологу необходимо принимать решения о возможности их использования самостоятельно, опираясь на опыт и знания о методе, лежащем в основе МВИ.

Примечание — Критерий по объединению дисперсий в группу носит эмпирический характер.

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

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

### 5.5 Проверка гипотезы о законе распределения

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

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

Нормальный закон является наиболее распространенным. Для проверки гипотезы о соответствии экспериментального и теоретического распределений рекомендовано использовать:

- для выборок с числом степеней свободы $k = n - 1$ ($n$ — количество параллельных определений в выборке) от 2 до 15 — $W$-критерий (см. приложение В);
- для выборок с числом степеней свободы $k$ от 15 до 50 — составной критерий по ГОСТ Р 8.736 (см. приложение Г);
- для выборок с числом степеней свободы свыше 50 — $\chi^2$-критерий.

$\chi^2$-критерий хорошо известен и в настоящем стандарте не приводится.

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

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

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

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

Таблица 5.1 — Значения параметров распределений

| Вид распределения | Показатель степени $\alpha$ | Эксцесс $\gamma$ | Контрэксцесс æ | Энтропийный коэффициент k |
|---|---|---|---|---|
| $p(x) = \frac{1}{48} e^{-\sqrt[4]{\lvert x \rvert}}$ | $1/4$ | 458 | 0,0467 | 0,085 |
| $p(x) = \frac{1}{12} e^{-\sqrt[3]{\lvert x \rvert}}$ | $1/3$ | 107,25 | 0,0966 | 0,424 |
| $p(x) = \frac{1}{4} e^{-\sqrt{\lvert x \rvert}}$ | $1/2$ | 25,2 | 0,199 | 1,35 |

*Окончание таблицы 5.1*

| Вид распределения | Показатель степени α | Эксцесс ε | Контрэксцесс æ | Энтропийный коэффициент k |
|---|---|---|---|---|
| $p(x) = \frac{1}{2} e^{-\lvert x \rvert}$ (распределение Лапласа) | 1 | 6 | 0,408 | 1,92 |
| $p(x) = \frac{1}{\sqrt{\pi}} e^{-x^2}$ (распределение Гаусса — нормальное) | 2 | 3 | 0,577 | 2,066 |
| Равномерное распределение | ∞ | 1,8 | 0,745 | 1,73 |
| Треугольное распределение | ∞ | 2,4 | 0,645 | 2,02 |

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

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

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

### 5.6 Исключение «промахов»

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

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

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

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

Методика исключения промахов для нормального распределения приведена в приложении Е, однако для распределений, отличных от нормального, ее использовать нельзя. Относительная по-

грешность границы отсечения промахов прежде всего обусловлена относительной погрешностью $\delta(\sigma)$ оценки $\sigma$ и имеет близкое к ней значение. Для распределений, приведенных в таблице 5.1, при уровне значимости критерия $\alpha = 0{,}1$ рекомендуются следующие формулы для вычисления коэффициентов, входящих в формулу (5.1):

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

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

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

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

где $x_i$ — результат параллельного определения;

$\overline{x}$ — среднее арифметическое по выборке из $x_i$;

$\varepsilon$ — в соответствии с таблицей 5.1.

Этими же формулами можно пользоваться и для нормального закона.

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

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

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

### 5.7 Определение выборочных дисперсий в точках

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

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

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

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

При использовании архивных данных рекомендуется в одну группу (выборку) объединять не менее $m = 20$ архивных дисперсий, каждая из которых получена в соответствии с МВИ. Значения СКО в группе не должны отличаться более чем в два раза. Рекомендуется, чтобы значения СКО в группе не отличались более чем в 1,3 раза. Вычисляют среднюю дисперсию в $k$-й выборке по формуле

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

где $j = 1, \ldots, m$,

$m$ — число дисперсий в группе,

или в относительных единицах

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

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

В результате обработки специального эксперимента или архивных данных, имеется ряд значений СКО: $S_1$, $S_2$, ..., $S_k$, ..., $S_q$ (или их относительных значений), соответствующих различным значениям аттестуемого диапазона МВИ $X_1$, $X_2$, ..., $X_k$, ..., $X_q$. В последующем тексте все, что относится к абсолютным СКО, если это не оговорено специально, относится и к относительным СКО. Далее метролог выбирает один из двух вариантов: либо выражать СКО для МВИ в виде функциональной зависимости $S = F(X)$, где аргумент $X$ — величина измеряемого параметра, либо разбивать весь аттестуемый диапазон на интервалы (поддиапазоны), которые можно будет характеризовать одним общим для этого интервала значением. Если зависимость СКО от величины измеряемого параметра гладкая, то допускается аппроксимировать ее линейно-кусочной функцией. Тогда СКО для промежуточных значений величины измеряемого параметра (внутри интервала между точками) можно оценить методом линейной интерполяции.

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

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

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

где $N$ — число дисперсий, признанных однородными;

$f_i$ — число степеней свободы $i$-й дисперсии.

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

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

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

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

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

Если МВИ предназначена для контроля качества продукции или объектов окружающей среды, то для оценки характеристик сходимости принимают консервативный подход. Поскольку СКО сходимости, как уже отмечалось выше, оценивается с погрешностью, обусловленной ограниченным числом степеней свободы в выборке, то в качестве характеристики сходимости принимают верхнюю границу выборочного СКО ${}^{в}S$ (или относительного СКО — ${}^{в}S_r$), которое вычисляется по формуле

$$ {}^{в}S = æ \cdot S_{взвеш}, \tag{5.9} $$

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

Коэффициент æ для нормального закона распределения вычисляют по формуле

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

где $k = \left( \sum_{i=1}^{N} f_i - N \right)$ — число степеней свободы, по которым рассчитывалось значение $S_{взвеш}$;

$P$ — односторонняя доверительная вероятность.

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

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

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

где $\Delta S(x)$ — полуширина доверительного интервала математической модели, вычисляемого по формуле (К.15) приложения К.

Интервальную оценку характеристики сходимости (доверительные границы случайной погрешности МВИ в условиях сходимости) вычисляют по формуле

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

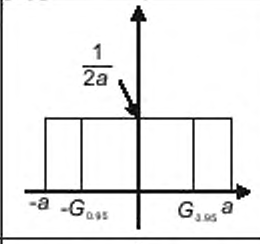
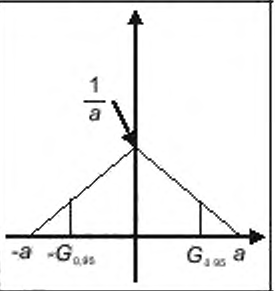
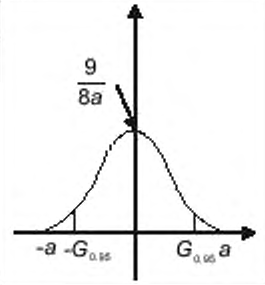
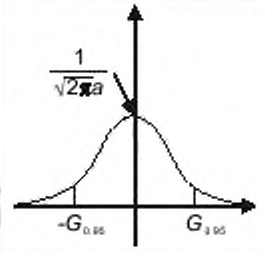
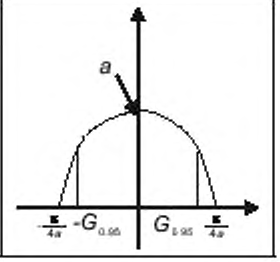
где $G$ — коэффициент, зависящий от вида закона распределения и доверительной вероятности;

$n$ — количество параллельных определений по МВИ.

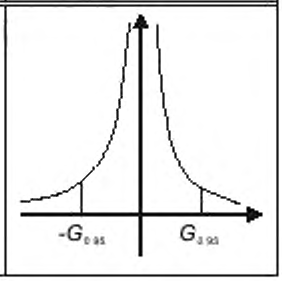
Для интервальной оценки в виде функциональной зависимости значение $G$ умножают на функцию (5.11).

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

Таблица 5.2

| Плотность распределения | Граница $G_1$ | СКО | $G_{0,95}$ | Графическое представление |
|---|---|---|---|---|
| Равномерный закон<br>$f(x) = \frac{1}{2a}$ | $\pm a$ | $\sigma = \frac{a}{\sqrt{3}} \approx$<br>$\approx 0,577a$ | $G_{0,95} = \frac{19}{20}\sqrt{3} \approx 1,645$ |  |
| Треугольный закон<br>$f(x) = \frac{x}{a^2} + \frac{1}{a}$<br>$[-a;0]$<br>$f(x) = \frac{1}{a} - \frac{1}{x^2}$<br>$[0; a]$ | $\pm a$ | æ<br>$\sigma = \frac{a}{\sqrt{6}} \approx$<br>$\approx 0,408a$ | $G_{0,95} = \frac{\left(10-\sqrt{5}\right)\sqrt{6}}{10} \approx$<br>$\approx 1,902$ |  |
| Колоколообразный закон<br>$f(x) = \frac{27}{16a}\left(1+\frac{x}{a}\right)^2 \left[-a;-\frac{a}{3}\right]$<br>$f(x) = \frac{9}{8a}\left(1-\frac{3x^2}{a^2}\right) \left[-\frac{a}{3};\frac{a}{3}\right]$<br>$f(x) = \frac{27}{16a}\left(1-\frac{x}{a}\right)^2 \left[\frac{a}{3};a\right]$ | $\pm a$ | $\sigma = \frac{a}{3} \approx$<br>$\approx 0,333a$ | $G_{0,95} = 3\left(1-\sqrt[3]{\frac{8}{9}(1-P)}\right) \approx$<br>$\approx 1,937$ |  |
| Нормальный закон<br>$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}a} e^{-\frac{x^2}{2a^2}}$ | $\pm\infty$ | $\sigma = a$ | $G_{0,95} = 1,96$ |  |
| Косинусоидальный закон<br>$f(x) = a \cdot \cos(2ax)$ | $\pm\frac{\pi}{4a}$ | $\sigma = \frac{\sqrt{\pi^2-8}}{4a}$<br>$\sigma = 0,342a^{-1}$ | $G_{0,95} =$<br>$= \arcsin\left(\sqrt{\frac{20-\sqrt{39}}{40}}\right) \times$<br>$\times \frac{4}{\sqrt{\pi^2-8}}$<br>$G_{0,95} \approx 1,833$ |  |

*Окончание таблицы 5.2*

| Плотность распределения | Граница $G_1$ | СКО | $G_{0,95}$ | Графическое представление |
|---|---|---|---|---|
| Экспоненциальный закон $f(x) = a \cdot e^{-2a\lvert x\rvert}$ | $\pm\infty$ | $\sigma = \frac{1}{\sqrt{2}a}$ $\sigma = 0{,}707a^{-1}$. | $G_{0,95} = \frac{\ln(20)}{\sqrt{2}} \approx 2{,}118$ |   |

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

### 5.9 Расчет характеристики сходимости для косвенных измерений

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

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

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

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

5.9.2 Косвенные измерения при линейной зависимости выражаются уравнением

$$X = b_1a_1 + b_2a_2 + \ldots + b_ma_m, \tag{5.13}$$

где $b_1, b_2, \ldots, b_m$ — постоянные коэффициенты при аргументах $a_1, a_2, \ldots, a_m$ соответственно.

Оценку СКО результата косвенного измерения $S(X)$ вычисляют по формуле

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

где $S(a_i)$ — СКО результата измерений аргумента $a_i$.

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

$$\varepsilon(p) = t_q \cdot S(X), \tag{5.15}$$

где $t_q$ — коэффициент Стьюдента, соответствующий доверительной вероятности $P = 1 - q$ и числу степеней свободы $f_{эф}$ в соответствии с [6], определяемому по формуле

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

где $m$ — число аргументов;

$S(\tilde{a}_i)$ — СКО результата измерения $\tilde{a}_i$;

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

$n_i$ — количество параллельных определений при измерении аргумента $a_i$.

Если распределения погрешностей косвенных величин отличны от нормального, то для вычисления $t_q$ используют аппроксимирующие функции (см. приложение М).

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

Метод линеаризации предполагает разложение нелинейной функции в ряд Тейлора

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

где $f(a_1, \ldots, a_m)$ — нелинейная функциональная зависимость измеряемой величины $\tilde{A}$ от измеряемых аргументов $a_i$;

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

$\Delta a_i$ — отклонение результата измерения аргумента $a_i$ от его среднего арифметического;

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

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

Остаточным членом $R$ пренебрегают, если

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

где $S(\tilde{a}_i)$ — СКО случайных погрешностей результата измерения $a_i$ аргумента.

Для вычисления остаточного члена $R$ выбирают наихудшие значения погрешностей. Если соотношение (5.18) не выполняется, остаточный член $R$ должен быть учтен в формуле (5.17).

СКО случайной погрешности результата косвенного измерения $S(X)$ вычисляют по формуле

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

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

При наличии корреляции между погрешностями измеряемых параметров, значение СКО вычисляют по формуле

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

где коэффициент корреляции

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

## 6 Установление составляющей погрешности, обусловленной факторами в условиях воспроизводимости

### 6.1 Общая схема

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

$$M = \sum_{i=1}^{N} \frac{\partial f}{\partial a_i} M_i + \sum_{k=1}^{L} M_k \; ; \tag{6.1}$$

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

где $M_i$ и $M_k$ — математические ожидания;

$\sigma_i$ и $\sigma_k$ — СКО, $\sigma_i^2$ и $\sigma_k^2$ — дисперсии «влияющих» погрешностей;

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

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

Коэффициент $K_\Sigma$ зависит от принятой доверительной вероятности («по умолчанию» $P$ = 0,95, см. 4.5.5), вида распределений «влияющих» погрешностей и способов выражения их границ. Если все влияющие погрешности имеют одно и то же распределение, то вместо СКО можно использовать границы «влияющих» погрешностей. В часто встречающемся на практике случае, когда распределения всех «влияющих» погрешностей, равномерные с математическими ожиданиями, равными нулю, и границами $\pm\theta_i$, хорошее приближение дает формула (6.2), в которой вместо СКО подставлены значения границ влияющих погрешностей, а коэффициент $K_\Sigma$ принимают равным 1,1 для вероятности $P$ = 0,95 (см. ГОСТ Р 8.736).

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

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

$$\sigma_в = F_{max}/S, \tag{6.3}$$

где $F_{max}$ — максимальная нагрузка;

$S$ — площадь сечения образца, равная (для плоских образцов)

$$S = A \cdot B, \tag{6.4}$$

где $A$ — ширина образца;

$B$ — толщина образца.

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

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

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

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

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

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

### 6.2 Определение погрешности величин, считаемых константами

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

6.2.2 Источник информации о величинах, считаемых константами, должен содержать сведения о погрешности определения этих величин — $\Delta_{\text{сов}}$.

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

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

### 6.3 Определение инструментальной составляющей погрешности измерений

#### 6.3.1 Предварительные замечания

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Начальным этапом аттестации МВИ должен являться анализ ТД на применяемые СИ. В случае соответствия комплекса нормируемых МХ СИ требованиям ГОСТ 8.009 задачей метролога при аттестации МВИ является расчет ИСП измерений в реальных условиях применения, регламентированных аттестуемой МВИ.

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

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

**6.3.2 Основная систематическая составляющая погрешности СИ**

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

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

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

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

6.3.2.4 Если в ТД систематическая составляющая погрешности нормирована в виде асимметричных пределов $-\Delta_{ocL}$, $+\Delta_{ocR}$, то для целей дальнейших расчетов ее распределение считается равномерным с математическим ожиданием, равным

$$M = (\Delta_{ocR} - \Delta_{ocL})/2,$$ и пределами, равными $\pm(\Delta_{ocR} + \Delta_{ocL})/2$ при $P = 1$.

6.3.2.5 Если в ТД систематическая составляющая погрешности нормирована для данного типа СИ в виде математического ожидания $M[\Delta_{ос}]$ и СКО $\sigma[\Delta_{ос}]$, то для дальнейших расчетов ее распределение считается колокольным с математическим ожиданием, равным $M = M[\Delta_{ос}]$, и пределами, равными $(\pm 1{,}937 \cdot \sigma\,[\Delta_{ос}])$ при $P = 0{,}95$.

**6.3.3 Случайная составляющая погрешности СИ**

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

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

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

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

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

В противном случае временной дрейф СИ считают равным $R$.

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

Примечание — Временной дрейф включается в чистую воспроизводимость МВИ, поскольку его действие происходит в течение достаточно длительного времени и не соответствует условиям сходимости.

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

**6.3.4 Дополнительные погрешности, обусловленные влияющими факторами**

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

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

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

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

***Пример — Те же условия, что и в предыдущем примере, но вместо дополнительной погрешности нормирована линейная функция влияния температуры окружающей среды t (°С) в пределах (20 ± 10) °С:***

$$\Psi(\zeta - \zeta_0) = b \cdot (\zeta - \zeta_0) = \pm 0,05 \cdot (t - 20)\ \%. \quad (6.7)$$

***Если возможное изменение температуры по условиям применения МВИ составляет (20 ± 6) °С, то систематическую составляющую погрешности принимают равной ±1,3 %.***

6.3.4.4 Рассмотренный в 6.3.4.3 пример предполагает детерминированный характер отклонений влияющего фактора $\zeta$ от номинального значения $\zeta_0$. В некоторых случаях изменения влияющего фактора при проведении измерений можно рассматривать как случайные с плотностью распределения $\varphi(\zeta)$. Тогда, зная функцию влияния $\Psi(\zeta)$, необходимо вычислить функцию распределения дополнительной погрешности. В дальнейшем дополнительную погрешность суммируют с другими составляющими систематической погрешности, рассматривая ее как случайную величину (см. 6.1.1).

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

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

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

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

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

**6.3.5 Дополнительные погрешности, обусловленные взаимодействием с объектом измерений**

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

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

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

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

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

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

- эксперимент на образцах продукции (или стандартных образцах), имеющих крайние значения характеристик состава или свойств, оказывающих влияние на результаты измерений данным СИ;
- исследование неоднородности образцов продукции по влияющей характеристике состава или свойств.

Некоторые примеры оценки таких погрешностей приведены в приложении Б.

**6.3.6 Простые примеры для СИ широкого применения**

6.3.6.1 Меры

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

6.3.6.2 Весы

ГОСТ Р 53228 предусматривает нормирование погрешности (суммарной) и СКО случайной погрешности, не позволяя выделить систематическую составляющую погрешности. Поэтому за систематическую составляющую погрешности весов принимают их суммарную погрешность.

6.3.6.3 Средства линейно-угловых измерений

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

**6.3.7 Простые нестандартизованные СИ**

Вне сферы государственного регулирования обеспечения единства измерений во многих МВИ применяют нестандартизованные СИ, которые в соответствии с ГОСТ Р 8.932 могут не проходить испытания с целью утверждения типа и не поверяться. Такие СИ являются неотъемлемой частью МВИ и их метрологические характеристики определяются и учитываются в рамках аттестации МВИ.

В этих случаях допускается вместо нормирования МХ этих СИ в соответствии с ГОСТ 8.009 нормирование и определение при аттестации инструментальных составляющих погрешности в реальных условиях применения данного СИ, указанных в МВИ.

**6.3.8 Оценка погрешности измерительного преобразования, осуществляемого программным средством**

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

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

6.3.8.3 Примером таких исследований является оценка систематической составляющей погрешности измерений, обусловленной некорректностью алгоритма обработки бинарной сетки границ зерен в методике измерений среднего размера зерна в топливных таблетках (см. ГОСТ Р 8.984—2019, раздел А.2 приложения А). Часто такие исследования проводятся при оценке погрешностей средств обработки спектров в спектрометрических методиках. Путем программного моделирования спектров с различным уровнем шумов, содержащих линии с разным разрешением, разной амплитудой и т. д., можно провести исследования метрологических характеристик (систематической и случайной составляющих погрешности, функций влияния содержания мешающих элементов, разрешения спектрометра и т. д.) программных средств обработки спектров.

**6.4 Погрешности градуировки СИ**

6.4.1 Во многих МВИ применяют СИ, требующие градуировки. Задачей градуировки является построение градуировочной характеристики — функциональной зависимости выходного сигнала СИ от величины входного сигнала. Источником входного сигнала (ИВС) могут быть значения величины, воспроизводимой эталонами, стандартными образцами, аттестованными объектам [3]. В дальнейшем градуировочную характеристику используют, или для получения результатов измерений, или для внесения в них поправок, исключающих систематическую составляющую погрешности. Для МВИк градуировочную характеристику используют для правильного установления величины выходного сигнала, соответствующей границе поля контрольного допуска. Если строится индивидуальная градуировочная характеристика данного СИ, то необходимо оценить погрешность ее построения.

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

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

б) погрешности источника входного сигнала;

в) погрешности определения величин выходного сигнала;

г) возможная некорректность алгоритма построения градуировочной характеристики.

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

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

где $j$ — порядковый номер точки диапазона: $j$ = 1, 2, ....., $n$ ($n$ — количество точек диапазона);

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

$L$ — количество результатов измерений в данной точке диапазона, и по полученным парам значений ($X_j$, $Y_j$) строят градуировочную характеристику.

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

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

**6.4.5 Определение некоррелированных СКО $\sigma_{xj}$ значений $X_j$**

6.4.5.1 Для корректной оценки погрешности градуировочной характеристики СКО $\sigma_{xj}$ должны быть некоррелированны. На практике погрешности ИВС, используемых для градуировки, коррелированны почти всегда.

6.4.5.2 СКО $\sigma_{xj}$ значений $X_j$ вычисляют по формуле

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

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

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

**6.4.6 Обработка данных в соответствии с алгоритмом, приведенным в приложении К**

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

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

6.4.6.3 Вычисляют в нескольких точках $X$ диапазона величину

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

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

$I_x(X)$ — полуширина доверительного интервала для градуировочной характеристики (см. К.15, приложение К).

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

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

**6.4.7 Случай недоступности алгоритма построения градуировочной характеристики**

6.4.7.1 Если алгоритм построения градуировочной характеристики скрыт от метролога или отличен от описанного в приложении К, то сначала градуируют прибор (установку) в соответствии с МВИ, а затем выполняют операции по 6.4.3 при количестве ИВС $n$ не менее трех. В этом случае величины выходного сигнала по сути будут являться результатами измерений аттестованных значений ИВС. Для дальнейших расчетов в качестве величин $Y_j$ берут разности между средними значениями, вычисленными по формуле (6.1), и аттестованными значениями ИВС $X_j$, то есть в этом случае новые значения величин $Y_j$ будут представлять собой оценки погрешности градуировки в нескольких точках диапазона.

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

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

$$|k| \le \varepsilon_k; \qquad (6.15)$$

$$|b| \le \varepsilon_b, \qquad (6.16)$$

то систематическая погрешность градуировки является незначимой, и ее не учитывают.

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

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

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

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

Примечание — Для того, чтобы оценить погрешность градуировки, обусловленную неправильностью математической модели и некорректностью алгоритма построения градуировочной характеристики [см. 6.4.2, перечисления а), г)], необходимо, чтобы количество ИВС было больше количества параметров, описывающих модельную функцию: $n > m$ (см. приложение К). Но во многих случаях разработчики методик предусматривают для градуировки количество ИВС равным количеству параметров: $n = m$. Это допустимо, но при аттестации условие $n > m$ должно быть выполнено. Равенство $n = m$ допускается только, если для применяемого СИ погрешность преобразования известна и указана в ТД.

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

### 6.5 Погрешности от влияющих факторов

6.5.1 Исследование погрешностей от влияющих факторов, как правило, представляет собой самостоятельную задачу и в случае отнесения методики к числу МВИ с неустойчивой погрешностью должно проводиться с учетом рекомендаций, изложенных в приложении Р.

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

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

Вычисляют значения

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

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

$$\frac{\Delta_A}{\Delta_f} = \left| \frac{A_{max} - A_{min}}{f_{max_i} - f_{min_i}} \right|. \tag{6.20}$$

Значение погрешности от влияющего фактора $\theta_\Phi$ определяют по формуле

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

где $\Delta_{g\Phi}$ — допускаемое методикой варьирование влияющего фактора.

При этом необходимо, чтобы величины

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

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

удовлетворяли неравенствам:

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

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

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

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

**6.6 Суммирование составляющих погрешности**

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

**6.6.2 Последовательное аналитическое интегрирование функций распределения «влияющих» погрешностей**

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

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

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

6.6.2.3 Достоинством этого способа является правильность конечного результата.

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

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

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

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

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

6.6.3.3 Недостаток способа — необходимость наличия специальной компьютерной программы.

**6.6.4 Приближенный расчет по формулам видов (6.1) и (6.2)**

6.6.4.1 Наиболее часто для суммирования «влияющих» погрешностей применяют формулу (11) ГОСТ Р 8.736—2011, представляющую собой формулу (6.2) с коэффициентом $K_{эфф} = 1{,}1$.

6.6.4.2 При применении формулы (11) ГОСТ Р 8.736—2011 необходимо учитывать, что она дает приемлемые результаты, если:

- суммируемые «влияющие» погрешности распределены равномерно (необходимо отметить, что даже если исходная погрешность распределена равномерно, но входит в расчетную формулу (6.2) через частную производную, она влияет на результат не как распределенная равномерно);

- количество суммируемых погрешностей — не менее трех;
- суммируемые погрешности близки друг к другу.

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

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

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

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

- если хотя бы одна «влияющая» погрешность распределена равномерно, следует использовать формулу (11) ГОСТ Р 8.736—2011;
- если не выполнено ни одно из указанных выше условий, границы результирующей погрешности для $P = 0{,}95$ следует вычислять по формуле

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

6.6.4.5 Для конкретных законов распределения влияющих погрешностей возможно применение формул вида (6.2), отличных от формулы (11) ГОСТ Р 8.736—2011. Известен широкий спектр таких формул, в частности, формула для суммирования равномерного и нормального закона распределений.

6.6.5 Определенные в соответствии с разделом 6 границы $G$ характеризуют чистую воспроизводимость. Далее предполагается, что границы $G$ вычислены для заданной доверительной вероятности (см. 4.5.4), приведены к симметричным (см. 6.1.4) и обозначаются как $\pm\theta$. Полная воспроизводимость $\theta_{МВИ}$ в общем случае включает также показатель правильности МВИ $\theta_c$, определяемый в соответствии с разделом 7. Для вычисления $\theta_{МВИ}$ величину показателя правильности МВИ $\theta_c$ суммируют с другими влияющими на чистую воспроизводимость погрешностями в соответствии с формулой (6.28).

Примечание — В большинстве случаев при суммировании $\theta$ и $\theta_c$ может быть применена простая формула (7.7).

## 7 Установление показателя правильности методики (метода) измерений

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

- понятие «правильности» для МВИ существует, то есть существует само понятие «истинного» значения результата измерений (для МВИс это понятие как таковое отсутствует);
- возможно существование фактора, не учтенного при расчете чистой воспроизводимости МВИ. Как в случае оценивания чистой воспроизводимости в соответствии с разделом 6, так и в случае оценивания показателя воспроизводимости в соответствии с разделом 9, возможна ситуация, когда какой-либо влияющий на погрешность фактор не будет учтен. Особенно опасно, если влияние этого фактора приведет к систематическому сдвигу результатов измерений. Такая ситуация может возникнуть, например, вследствие неполного выделения анализируемого компонента при процедуре пробоподготовки, несоответствия по влияющим факторам стандартных образцов, по которым проводится градуировка аппаратуры, реальным объектам и т. д. В таких случаях необходимо проверить правильность измерений.

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

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

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

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

### 7.3 Установление показателя правильности с использованием СО

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

**7.3.2 Статистическая модель**

7.3.2.1 Результат измерений стандартного образца представляют в виде суммы трех составляющих

$$X = m + \Delta_x + \Delta_c, \tag{7.1}$$

где $m$ — опорное (истинное) значение;

$\Delta_x$ — погрешность результата измерений, за исключением систематической, которую можно представить в виде

$$\Delta_x = \varepsilon_э * \theta_э, \tag{7.2}$$

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

$\theta_э$ — остаток чистой воспроизводимости МВИ, который не удалось сделать равным нулю при постановке эксперимента (индекс «э» подчеркивает, что приведенные характеристики относятся к данному специальному эксперименту, а не к МВИ, символ «*» означает суммирование погрешностей);

$\Delta_c$ — систематическая составляющая погрешности результата измерений (систематическая погрешность МВИ).

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

- оценка $X$ – $(\overline{X})$ — среднее по $n$-параллельным определениям;
- оценка $m$ – $(A \pm \Delta_a)$, где $A$ — аттестованное значение СО, $\Delta_a$ — оценка погрешности А;
- оценка $\Delta_x$ – $(\hat{\varepsilon}_э * \hat{\theta}_э)$, где $\hat{\varepsilon}_э$ — оценка случайной погрешности эксперимента, $\hat{\theta}_э$ — оценка остатка чистой воспроизводимости МВИ;
- оценка $\Delta_c$ – $(\hat{\Delta}_c)$ — оценка систематической погрешности МВИ.

В результате из формулы (7.1) имеем следующее выражение

$$b = \overline{X} - A = \Delta_a * \hat{\varepsilon}_э * \hat{\theta}_э + \hat{\Delta}_c. \tag{7.3}$$

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

$$|b| = |\overline{X} - A| \le \Delta_a * \hat{\varepsilon}_э * \hat{\theta}_э = \theta_c \tag{7.4}$$

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

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

$$|b| = \left|\overline{X} - A\right| \le K_{эфф}\sqrt{\sigma_э^2 + \frac{\theta_э^2}{3} + \frac{\Delta_а^2}{3}} = \theta_с , \quad (7.5)$$

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

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

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

$$|b| - \left|\overline{X} - A\right| \le \sqrt{\varepsilon_э^2 + \Delta_а^2 + \theta_э^2} = \theta_с , \quad (7.6)$$

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

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

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

При незначимости величины $|b| = |\overline{X} - A|$ величина критерия $\theta_с$ учитывается как составляющая полной воспроизводимости методики в соответствии с 6.6. В большинстве случаев для суммирования $\theta_с$ и $\theta$ может быть применена простая формула

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

где $\theta$ — чистая воспроизводимость, оцененная в соответствии с разделом 6.

7.3.2.5 В случае невыполнения неравенства (7.5) или (7.6), то есть значимости расхождения, границы полной воспроизводимости МВИ становятся несимметричными

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

***Пример — Пусть в результате эксперимента установлено, что результат измерений $\overline{X}$ = 10 при значении $A$ = 11 (то есть $b$ = –1) и величине критерия $\theta_с$ = 0,5. Разность $b$ является значимой, то есть происходит систематическое занижение истинного значения. Пусть оцененное в соответствии с 6.6 значение $\theta$ = 1. Тогда границы полной воспроизводимости равны***

$$\left[-\sqrt{1^2 + 0,5^2} + 1; +\sqrt{1^2 + 0,5^2} + 1\right) \text{ или } [-0,1; +2,1].$$

В случае значимости систематического сдвига $b$ его величину можно учесть в результирующей формуле, по которой вычисляют результат измерений, внеся соответствующее изменение в текст МВИ. В этом случае полную воспроизводимость оценивают по формуле (7.7).

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

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

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

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

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

**7.4.2 Оценка значимости пропорциональной систематической составляющей (ПСС) погрешности методики**

Проверка отсутствия у МВИ только значимой ПСС основывается на методе добавок. При этом важно, чтобы при измерениях по МВИ была обеспечена минимизация вклада в результат измерений влияющих факторов пробы (образца). Измерения проводят попарно, чередуя анализ пробы и пробы с добавкой.

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

Результат измерений пробы представляют в виде суммы двух составляющих

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

а результат измерений пробы с добавкой в виде

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

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

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

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

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

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

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

Оценку значимости ПСС с использованием метода добавок устанавливают по критерию

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

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

$\Delta_D$ — погрешность добавки, обусловленная процедурой ее приготовления и введения;

$\theta_{\overline{X}}$, $\theta_{\overline{X}'}$ — чистая воспроизводимость результатов измерений пробы и пробы с добавкой.

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

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

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

$$b = \frac{\sqrt{\varepsilon_{\overline{X}}^2 + \varepsilon_{\overline{X}'}^2 + (\theta_{\overline{X}} - \theta_{\overline{X}'})^2 + \Delta_D^2}}{D}, \tag{7.14}$$

в случае выполнения неравенства.

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

**7.4.3 Оценка значимости постоянной составляющей систематической погрешности (СП) методики**

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

Исходная модель следующая:

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

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

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

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

$\theta_{\overline{X}}$, $\theta_{\overline{X}^*}$ — чистая воспроизводимость результатов измерений пробы и измененной пробы.

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

Для метода варьирования навесок $k = 1$.

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

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

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

**7.4.4 Оценка значимости систематической погрешности методики комбинированным методом**

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

Оценку значимости систематической погрешности с использованием комбинированного метода устанавливают по критерию

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

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

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

### 7.5 Оценка значимости систематической погрешности методики с использованием другой аттестованной МВИ

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

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

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

### 7.6 Метод экспертных оценок

В некоторых случаях (для МВИ, при аттестации которых нельзя использовать ни один из указанных выше методов) для оценки значимости систематического сдвига может быть применен метод экспертных оценок. Примером этого метода является МВИ размеров зерна в топливных таблетках (ГОСТ Р 8.984—2019, приложение А). Экспертные оценки измеряемого параметра должны выполняться ведущими специалистами отрасли по данному виду измерений. При этом не следует стремиться к увеличению количества специалистов в ущерб качеству экспертных оценок. Достаточно двух квалифицированных специалистов.

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

### 7.7 Покомпонентный метод

Покомпонентный метод может быть применен, если процедуры контроля правильности установлены для всех без исключения влияющих факторов. Тогда значимость систематического сдвига оценивают для каждого фактора одним из способов, описанных в разделе 7. В частности, при аттестации «расчетных» МВИ (см. раздел 11) считают, что все факторы, влияющие на погрешность МВИ, учтены, поэтому установление показателя правильности не проводят.

## 8 Установление интервальной оценки суммарной погрешности методики (метода) измерений (показателя точности)

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

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

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

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

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

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

## 9 Экспериментальный способ установления характеристик погрешности методик (методов) измерений

9.1 Этот способ применяют в случае возможности проведения многофакторного эксперимента, то есть проведения измерений одной и той же пробы в условиях варьирования влияющих на погрешность измерений факторов. Алгоритм аттестации по этому способу изложен в ГОСТ Р ИСО 5725-2. В настоящем стандарте этот способ назван «межлабораторной аттестацией», чем подчеркивается то обстоятельство, что в условиях одной лаборатории достичь варьирования влияющих факторов очень трудно. Поскольку повторять алгоритм, изложенный в ГОСТ Р ИСО 5725-2, не имеет смысла, то в данном разделе приведены его основные положения с учетом подхода, принятого в отрасли.

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

### 9.2 Установление характеристик погрешности МВИ

#### 9.2.1 Установление характеристик случайной составляющей погрешности МВИ

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

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

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

- $S_L^2$ — оценка межлабораторной дисперсии — оценка чистой воспроизводимости;
- $S_W^2$ — оценка внутрилабораторной дисперсии;
- $S_r^2$ — среднее арифметическое значение случайной величины $S_W^2$, являющееся также оценкой дисперсии сходимости; данное среднее арифметическое значение берется по всем лабораториям, принимающим участие в эксперименте по оценке точности, которые остались после исключения выбросов;
- $S_R^2$ — оценка дисперсии полной воспроизводимости, $S_R^2 = S_L^2 + S_r^2$.

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

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

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

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

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

$$\theta_j = 1{,}96 \cdot æ \cdot S_{L_j}, \tag{9.2}$$

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

**9.2.2 Установление показателя правильности МВИ**

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

При этом аналогично 7.3.2 проверяют выполнение неравенства

$$\left|\overline{\overline{Y}} - A\right| \le \sqrt{\Delta_э^2 + \Delta_а^2}, \tag{9.3}$$

где $\overline{\overline{Y}}$ — измеренное значение СО;

$A$ — аттестованное значение СО;

$\Delta_э$ — погрешность измерения аттестованного значения;

$\Delta_а$ — погрешность аттестации стандартного образца.

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

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

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

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

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

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

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

при

$$\overline{\overline{y}} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} \overline{y}_i. \tag{9.8}$$

Значение погрешности результата измерений рассчитывают по формуле

$$\Delta_э = t_{p-1,P}\frac{S_R}{\sqrt{p}}, \tag{9.9}$$

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

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

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

## 10 Особенности установления характеристик погрешности для разных видов методик (методов) измерений

### 10.1 Методики количественного химического анализа

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

10.1.2 Для МКХА характерно наличие таких факторов (формирующих чистую воспроизводимость методики), которые не определяются непосредственно из расчетной формулы. Чаще всего это фактор пробоподготовки.

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

10.1.4 Если методика предусматривает проведение следующих операций:

- взвешивание тары ($m_1$);
- взвешивание тары вместе с пробой ($m_2$);
- вычисление массы пробы ($m_п = m_2 - m_1$);
- растворение пробы и перенос ее в мерную колбу вместимостью $V_1$;
- разбавление раствора: отбор пипеткой вместимостью $V_{п1}$ аликвоты объемом $V_2$, перенос в мерную колбу вместимостью $V_3$ и доведение раствора до метки;
- отбор аликвоты объемом $V_4$ пипеткой вместимостью $V_{п2}$ для непосредственного выполнения анализа, то значение чистой воспроизводимости МВИ (в относительных единицах), обусловленной операциями с химической посудой в этом случае рассчитывают по следующей формуле:

$$\theta_п = \sqrt{\frac{2\Delta_в^2}{(m_2 - m_1)^2} + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{п1}}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_3}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{п2}}{V_4}\right)^2}, \quad (10.1)$$

где $\Delta_в$ — погрешность весов;

$\Delta V_1$, $\Delta V_3$ — погрешности мерных колб;

$\Delta V_{п1}$, $\Delta V_{п2}$ — погрешности пипеток.

10.1.5 При определении погрешности, обусловленной использованием градуировочной характеристики, в качестве составляющих учитывают погрешность образцов для градуировки, систематическую составляющую погрешности средства измерений, погрешность построения градуировочной характеристики

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

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

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

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

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

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

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

где $\Delta V_i$ — соответственно, погрешности мерных колб и пипеток;

$V_i$ — вместимости мерных колб и пипеток, используемых для приготовления образцов;

$\Delta C$ — погрешность аттестованного значения СО;

$C$ — аттестованное значение СО, используемого для приготовления образцов;

$m$ — масса навески СО;

$\Delta m$ — погрешность взвешивания (при наличии этой процедуры)

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

Значение $\theta_{\text{постр.гр}}$ равно ширине доверительного интервала, выраженной в единицах измеряемой величины (см. формулу (К.15) приложения К).

10.1.6 В простейшем случае при линейной зависимости $y = a + bx$, построенной по методу наименьших квадратов (МНК) для равноточных измерений, оценку чистой воспроизводимости МВИ (в относительных единицах) $\theta_{\text{постр гр}}$, обусловленной построением градуировочной характеристики, вычисляют по формуле

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

где $X_k$ — значение аргумента, соответствующее точке поддиапазона;

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

$$S_a = \sqrt{\frac{n}{N-2} \sum_{i=1}^{m} \left(\overline{Y}_i - \hat{y}_i\right)^2},$$

где $\overline{Y}_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^{n} y_{ij}$ — усредненное по $n$ измерениям значение аналитического сигнала для содержания определяемого компонента в точке $X_i$;

$\hat{y}_i = a + b \cdot X_i$ — значение аналитического сигнала, соответствующее содержанию определяемого компонента $X_i$;

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

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

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

$m$ — число образцов для градуировки.

10.1.7 Составляющую чистой воспроизводимости МКХА, обусловленную влияющим фактором, рассчитывают в том случае, если этот фактор не варьировался при наборе статистики для определения показателя сходимости. Если эту составляющую определяют экспериментально, то выполняют многократные ($n$) измерения пробы с влияющим фактором на минимальном уровне и той же самой пробы с влияющим фактором на максимальном уровне

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

где $n$ — количество измерений;

$A$ — значение контролируемого по МКХА параметра.

В этом случае составляющую чистой воспроизводимости рассчитывают по формуле

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

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

**10.2 Методики измерений при испытаниях**

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

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

**10.2.3 Схема оценки чистой воспроизводимости с учетом влияющих факторов**

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

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

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

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

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

10.2.3.3 Влияние фактора $f_k$ считают незначимым, если выполняются оба условия:

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

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

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

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

10.2.3.4 Доверительные границы для полной воспроизводимости МВИ вычисляют в соответствии с 6.6, учитывая инструментальные составляющие погрешности измерений, СКО чистой воспроизводимости при номинальных значениях условий испытаний (см. 10.2.3.1) и погрешности, обусловленные влиянием условий испытаний (см. 10.2.3.3).

**10.2.4 Сравнительные испытания**

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

10.2.4.2 Процедура подтверждения несмещенности аналогична проверке незначимости влияющего фактора по 10.2.3.3. В случае выполнения критерия незначимости МВИс можно считать аттесто-

ванной с теми же характеристиками погрешности. В противном случае необходимы дополнительные исследования причин смещенности результатов и возможно доработка или переаттестация МВИс.

**10.2.5 Контрольные образцы**

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

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

**10.3 Методики измерений при измерительном контроле**

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

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

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

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

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

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

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

10.3.5 Рассмотренные ниже:

- методики контроля измерительно-преобразовательного типа,
- методики контроля альтернативного типа,
- методики контроля дефектов материалов и изделий

по классификации относятся к методикам измерений при измерительном контроле.

**10.4 Методики измерений при контроле измерительно-преобразовательного типа**

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

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

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

10.4.4 Для методик контроля измерительно-преобразовательного типа возможно нормирование как характеристик погрешности, так и показателей достоверности (или и тех, и других). Показатели достоверности контроля — вероятности неверного отнесения $P_{baM}$ и $P_{grM}$ вычисляют в соответствии с ГОСТ Р 8.932—2017 (приложение Г).

### 10.5 Методики измерений при контроле альтернативного типа

10.5.1 Для методик контроля альтернативного типа единственным способом определения показателей достоверности $P_{baM}$ и $P_{grM}$ (все обозначения соответствуют ГОСТ Р 8.932—2017, приложение Г) является прямой альтернативный эксперимент.

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

10.5.3 Истинное значение показателя достоверности находится внутри доверительного интервала

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

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

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

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

где $C_n^m$ — число сочетаний из $n$ по $m$.

В качестве приписанного значения показателя достоверности ${}^{в}P_{baM}$ берут верхнюю границу доверительного интервала ${}^{в}P_{baM}$.

10.5.4 Показатель достоверности ${}^{в}P_{grM}$ определяют аналогично, но используют стандартный образец с аттестованным значением, соответствующим границе зоны риска производителя $G_\beta$.

10.5.5 Для часто встречающегося случая $k = 0$ имеем:

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

или

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

10.5.6 Для методик контроля альтернативного типа часто задают требуемое значение показателя достоверности $P_{baM}$ в нормативных документах на продукцию (по ГОСТ Р 8.932 это значение не должно превышать 0,05). Тогда аттестация сводится к подтверждению гипотезы, что истинное значение $P_{baM}$ не превышает заданное. Часто нормативное значение задают равным 0,05. В таблице 10.1 приведено количество «прогонов» $n$, которые нужно выполнить для подтверждения гипотезы $P_{baM} < 0{,}05$, в зависимости от количества отрицательных результатов альтернативного эксперимента $k$ (даже верхняя граница ${}^{в}P_{baM} < 0{,}05$). В таблице 10.2 приведено количество отрицательных результатов альтернативного эксперимента $k$, при котором гипотезу $P_{baM} < 0{,}05$, следует считать опровергнутой (даже нижняя граница ${}^{н}P_{baM} > 0{,}05$).

Таблица 10.1

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

Таблица 10.2

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

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

***Пример — В НД на методику контроля альтернативного типа задано требование: «Вероятность обнаружения дефекта размерами ... — не менее 0,95». Это требование эквивалентно требованию $P_{baM} < 0,05$. Для аттестации выполняют прогоны стандартного образца с дефектом размерами, соответствующими требованиям НД.***

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

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

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

- альтернативный эксперимент следует проводить на каждом экземпляре средства контроля, использующемся в данной методике контроля;
- альтернативный эксперимент следует проводить в начале и в конце временного интервала между операциями настройки средства контроля;
- стандартные образцы следует изготовлять партиями в нескольких экземплярах, один из них называют контрольным, остальные — рабочими. Стандартные образцы должны быть близкими друг к другу по своему воздействию на средство контроля, например для стандартных образов дефектов, применяемых для вихретокового контроля несплошностей, измеряют не только размеры дефектов, но и величину выходного сигналя от вихретокового преобразователя на частоте, соответствующей регламентированной в методике контроля. В качестве контрольного образца берут образец с наименьшим сигналом. Аттестацию методик контроля альтернативного типа проводят на контрольном образце при настройке по рабочему образцу. В дальнейшем контрольный образец используют только в целях сличения с ним новых рабочих образцов.

10.5.8 Методики контроля альтернативного типа существуют на практике, однако вследствие указанных выше недостатков при разработке новой аппаратуры для применения в методиках контроля следует стремиться к доступности выходного сигнала, то есть исключать методики альтернативного типа.

### 10.6 Методики измерений при контроле дефектов материалов и изделий

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

Примечание — Формализацию видов дефектов, включая полное описание требований к искусственным дефектам, осуществляет ведущая материаловедческая организация, разрабатывающая требования к контролю изделий.

## 11 Оценка метрологических характеристик методик (методов) измерений при косвенных измерениях

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

$$Y = F(a_1, a_2, \ldots a_N) \qquad (11.1)$$

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

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

которая представляет собой модифицированную формулу (6.2) (см. 6.1.1).

Коэффициент $K_\Sigma$ зависит от принятой доверительной вероятности [«по умолчанию» $P$ = 0,95, см. формулу (6.2)], вида распределений погрешностей и способов выражения их границ. Для расчетных методик принято считать распределения всех погрешностей как равномерные с математическими ожиданиями, равными нулю, и границами $\pm\theta_i$. В этом случае коэффициент $K_\Sigma$ принимают равным 1,1 (см. ГОСТ Р 8.736).

## 12 Оценка метрологических характеристик методик радиационного контроля

12.1 Требования к МРК установлены в ГОСТ 8.638. Общий подход к оцениванию МХ МРК изложен в [7].

12.2 Особенностью МРК является определяющая зависимость МХ случайной составляющей погрешности от времени измерения.

Скорость счета частиц радиоактивного распада $n$, фиксируемая в методиках этого типа, подчиняется закону Пуассона, но при больших значениях $n$ его можно аппроксимировать нормальным распределением.

У МРК есть специфическая МХ — относительное значение СКО результата измерения, определяемое по формуле

$$S(\delta) = \frac{1}{n - n_\Phi} \left( \frac{n}{t} + \frac{n_\Phi}{t_\Phi} \right)^{0,5}, \qquad (12.1)$$

где $n$ — скорость счета от объекта измерения, $с^{-1}$;

$n_\Phi$ — скорость счета от фона, $с^{-1}$;

$t$ — время измерения объекта, с;

$t_\Phi$ — время измерения фона, с.

Если в тексте МРК не зафиксировано время измерения объекта и фона, то целесообразно при аттестации устанавливать зависимость не от величины измеряемого параметра, а от этой характеристики. Если в тексте МРК фиксировано время измерения самого объекта и фона, то МХ определяют по обычной схеме МКХА.

12.3 Специфической особенностью МРК является частое отсутствие повторных измерений с последующим усреднением. В этом случае случайная составляющая погрешности результата измерения часто может задаваться путем установления статистики скорости счета импульсов (эти методики основаны на детектировании скорости счета импульсов, образующихся заряженными частицами). Остальные МХ определяют по схеме МХ для МКХА.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Терминологические пояснения

А.1 Характеристики погрешности:

- среднее квадратическое отклонение (СКО) погрешности $\sigma(\Delta)$ — точечная оценка;

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

А.2 Характеристики систематической составляющей погрешности (показатели правильности): границы интервала ($\theta_{сн}$, $\theta_{св}$; далее — $\theta_с$), в котором систематическая составляющая погрешности измерений находится с заданной вероятностью $P$ (см. ГОСТ Р 8.984).

А.3 Характеристики воспроизводимости (показатель воспроизводимости и случайная составляющая погрешности в условиях воспроизводимости):

- СКО воспроизводимости $\sigma_в$ — точечная оценка;

- границы интервала ($\varepsilon_{вн}$, $\varepsilon_{вв}$; далее — $\varepsilon_в$), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях воспроизводимости находится с заданной вероятностью $P$ — интервальная оценка (см. ГОСТ Р 8.984).

А.4 Характеристики сходимости (показатель сходимости и случайная составляющая погрешности в условиях сходимости):

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

- границы интервала ($\varepsilon_{схн}$, $\varepsilon_{схв}$; далее — $\varepsilon_{сх}$), в котором случайная составляющая погрешности МВИ в условиях сходимости находится с заданной вероятностью $P$ — интервальная оценка сходимости (см. ГОСТ Р 8.984).

А.5 Характеристики (показатели) достоверности контроля: наибольшая вероятность принятия годным в действительности дефектного образца $P_{baM}$ (далее — $P_м$) и наибольшая вероятность принятия дефектным в действительности годного образца — $P_{grM}$.

А.6 Опорное значение — значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения и получено как:

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

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

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

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

д) значение, принятое по договоренности между пользователями МВИ.

### А.7 Выражение метрологических характеристик методик (методов) измерений в терминах неопределенности вместо характеристик погрешности

Ниже представлена таблица А.1, иллюстрирующая соотношение терминов, принятых в ГОСТ 34100.3 и ГОСТ Р 8.932, при выражении метрологических характеристик методик (методов) измерений в терминах неопределенности результата измерения.

Таблица А.1 — Обозначения и наименование характеристик погрешности и неопределенности

| Наименование и обозначение в терминах погрешности результата измерения | Наименование и обозначение в терминах неопределенности результата измерения |
|---|---|
| Доверительные границы суммарной погрешности<br>$\pm\Delta$ (при выражении в абсолютных единицах);<br>$\pm\delta$ (при выражении в относительных единицах) | Расширенная неопределенность для коэффициента охвата<br>$K = 2$<br>$\pm U$ |
| Показатель сходимости<br>$\sigma_{сх}$ | Стандартная неопределенность, обусловленная влияющими факторами в условиях сходимости (повторяемости) $u_{сх}$ |
| Доверительные границы неисключенной систематической составляющей погрешности<br>$\pm\Theta$ (при выражении в абсолютных единицах);<br>$\pm\theta$ (при выражении в относительных единицах) | Стандартная неопределенность, обусловленная влияющими факторами, за исключением влияющих факторов в условиях сходимости (повторяемости)<br>$u_{ос}$ |
| Примечание — Величина $u_{ос}$ численно равна $\Theta/2$ ($\theta/2$). | |

## Приложение Б
## (рекомендуемое)

## Примеры аттестации методик (методов) измерений

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

#### Б.1.1 Суть метода

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

Массовую долю урана $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot F \cdot 100}{M}, \quad (Б.1)$$

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

$m_2$ — масса золы «холостого опыта», г;

$F$ — коэффициент пересчета закиси-окиси на уран:

$$F = 0{,}8480085 - 0{,}000016\,P, \quad (Б.2)$$

где $P$ — атомная доля U-235 в уране, %;

$M$ — масса навески пробы, г.

#### Б.1.2 Оценка чистой воспроизводимости МВИ (способ 1)

Б.1.2.1 В соответствии с формулой расчета результата измерений (Б.1) чистая воспроизводимость МВИ ($\theta$) обусловлена погрешностью взвешивания навески пробы ($\theta_{пр}$), погрешностью установления массы закиси-окиси урана ($\theta_{m3.o}$) по разности масс ($m_1 - m_2$), погрешностью коэффициента $F$, являющегося константой ($\theta_F$), и ее значение в относительных единицах рассчитывают по формуле

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_{пр}^2 + \theta_{m3.o}^2 + \theta_F^2}\ . \quad (Б.3)$$

Б.1.2.2 Массу отобранной для анализа пробы устанавливают как разность результатов двух взвешиваний — тары с навеской и пустой тары. Оценку погрешности взвешивания навески пробы проводят по формуле

$$\Delta_{пр} = \sqrt{\Delta_B^2 + \Delta_B^2} = 1{,}4 \cdot \Delta_B\ , \quad (Б.4)$$

где $\Delta_B$ — предел допустимой погрешности взвешивания весов, мг;

или в относительных единицах:

$$\theta_{пр} = \frac{1{,}4 \cdot \Delta_B}{M}, \quad (Б.5)$$

где $M$ — масса навески пробы, мг.

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

Б.1.2.3 Оценку погрешности установления массы $m_{з.о} = m_1 - m_2$ закиси-окиси урана $\theta_{m3.o}$ проводили по формуле

- в абсолютных единицах:

$$\Delta m_{з.о} = \sqrt{\Delta m_1^2 + \Delta m_2^2}\ ; \quad (Б.6)$$

- в относительных единицах:

$$\theta_{m3.o} = \frac{\sqrt{\Delta_{m1}^2 + \Delta_{m2}^2}}{(m_1 - m_2)}, \quad (Б.7)$$

где $\Delta_{m1}$ — абсолютная погрешность взвешивания массы закиси-окиси, мг;

$\Delta_{m2}$ — абсолютная погрешность определения массы золы «холостого» опыта, мг.

Массу закиси-окиси $m_1$ определяют по разности результатов двух взвешиваний — взвешивания массы осадка с тиглем и взвешивания массы тигля и значение ее погрешности рассчитывают аналогично погрешности $\Delta_{пр}$ [см. формулу (Б.4)].

Значение $\Delta m_1$ не превысит 0,14 мг для весов с погрешностью взвешивания $\Delta_B$ = ± 0,1 мг и 0,28 мг — для весов с $\Delta_B$ = ± 0,2 мг.

Значение погрешности «холостого» опыта $\Delta m_2$, зависящее от случайной составляющей ($\varepsilon_{m2}$) и чистой воспроизводимости МВИ, обусловленной определением массы золы «холостого» опыта ($\theta_{m2}$), рассчитывают по формуле

$$\Delta_{m2} = \sqrt{\varepsilon_{m2}^2 + \theta_{m2}^2}\ , \qquad (Б.8)$$

где $\theta_{m2} = \sqrt{2} \cdot \Delta_B$ — абсолютное значение чистой воспроизводимости, обусловленной определением массы золы «холостого» опыта;

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

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

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

На основании результатов измерений по установлению случайной составляющей погрешности определения массы золы «холостого» опыта определено значение $\sigma_{хол}(\delta)$, равное 0,18 отн. ед., и установлена масса золы «холостого» опыта $m_2$, равная 1,5 мг.

Исходные данные и результаты расчетов $\theta_{т.о}$ в зависимости от используемых типов весов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

| Погрешность используемых весов $\Delta_B$, мг | $\Delta m_1$, мг | $m_1$, мг | $m_2$, мг | $\varepsilon_{m2}$, мг | $\theta_{m2}$, мг | $\theta_{т.о}$, отн. ед. |
|---|---|---|---|---|---|---|
| ± 0,1 | 0,14 | 600 | 1,5 | 0,375 | 0,14 | 0,00071 |
| ± 0,2 | 0,28 | 600 | 1,5 | 0,375 | 0,28 | 0,00091 |

Б.1.2.4 Исходя из формулы (Б.2), расчета коэффициента $F$ для пересчета закиси-окиси урана на уран, можно сделать вывод, что погрешность установления данного коэффициента ($\theta_F$) определяется погрешностью измерения атомной доли U-235 в анализируемом материале:

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

в относительных единицах:

$$\theta_F = \frac{0{,}000016\Delta_P}{0{,}848}. \qquad (Б.9)$$

При использовании масс-спектрометрического метода для определения изотопа U-235 доверительные границы погрешности в диапазоне атомных долей U-235 от 1,0 % до 99,9 % не превышают $\Delta_P$ = ± 0,3 ат. д. (%). Таким образом, погрешность $\theta_F$ не превысит значения 0,0000057 относительных единиц, то есть очевидно не внесет значимого вклада в полную воспроизводимость МВИ.

Б.1.2.5 На основании проведенных оценок составляющих, в соответствии с формулой (Б.3) устанавливают значения чистой воспроизводимости МВИ.

Рассчитанные значения составляющих и чистой воспроизводимости МВИ приведены в таблице Б.2.

Таблица Б.2

| Составляющие, чистая воспроизводимость МВИ | Относительные значения составляющих и чистая воспроизводимость при использовании весов с пределом допустимой погрешности взвешивания $\Delta_B$ | |
|---|---|---|
| | $\Delta_B$ = ± 0,1 мг | $\Delta_B$ = ± 0,2 мг |
| $\theta_{пр}$ | 0,00025 | 0,00049 |
| $\theta_{з.о}$ | 0,00071 | 0,00091 |

*Окончание таблицы Б.2*

| Составляющие, чистая воспроизводимость МВИ | Относительные значения составляющих и чистая воспроизводимость при использовании весов с пределом допустимой погрешности взвешивания $\Delta_в$ | |
|---|---|---|
| | $\Delta_в$ = ± 0,1 мг | $\Delta_в$ = ± 0,2 мг |
| $\theta_{Fmax}$ | 0,0000057 | 0,0000057 |
| $\theta$ | 0,00083 | 0,0011 |

**Б.1.3 Оценка чистой воспроизводимости МВИ (способ 2, косвенные измерения)**

Б.1.3.1 Для рассматриваемой методики дисперсия погрешности измеряемой величины $X$ определяется выражением:

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

где $S_{m1}^2$, $S_{m2}^2$, $S_M^2$, $S_F^2$ — дисперсии соответствующих величин, измеряемых путем прямых измерений.

Так как корреляция между погрешностями отсутствует, то

$$S_X^2 = \left(\frac{100F}{M}\right)^2 S_{m_1}^2 + \left(\frac{100F}{M}\right)^2 S_{m_2}^2 + \left(\frac{100F(m_1 - m_2)}{M^2}\right)^2 S_M^2 + \left(\frac{100(m_1 - m_2)}{M}\right)^2 S_F^2. \quad (Б.10)$$

Для расчета значения $S_X^2$ следует оценить значения дисперсий переменных $m_1$, $m_2$, $M$, $F$, формирующихся за счет различных факторов.

Б.1.3.2 Погрешность установления значения массы закиси-окиси урана определяется двумя составляющими — методической погрешностью в условиях сходимости (носит случайный характер) и чистой воспроизводимостью, обусловленной взвешиванием, и по закону накопления ошибок дисперсия значения массы закиси-окиси урана $S_{m1}^2$ определяется выражением

$$S_{m1}^2 = S_{\text{метод.}m1}^2 + S_{\text{взвешивания}}^2. \quad (Б.11)$$

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

При оценке дисперсии $S_{\text{взвешивания}}^2$ учитывают, что взвешивание массы $m_1$ проводят по разности масс тигля с осадком $m_{\text{ТОС}}$ и тигля $m_{\text{Т}}$: $m_1 = m_{\text{ТОС}} - m_{\text{Т}}$.

Поэтому:

$$S_{\text{взвешивания}}^2 = S_{m1}^2 = S_{m_{\text{ТОС}}}^2 + S_{m_{\text{Т}}}^2 = S_m^2 + S_m^2 = 2S_m^2. \quad (Б.12)$$

где $S_m$ — СКО единичного взвешивания.

Так как принимают, что погрешность весов $\Delta_m$ имеет равномерное распределение, то $S_m = \frac{\Delta_m}{\sqrt{3}}$.

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

Б.1.3.3 Массу золы «холостого» опыта $m_2$ в соответствии с методикой определяют для серии измерений по двум параллельным определениям $m_2 = \frac{m_{2,1} + m_{2,2}}{2}$, и погрешность ее значения так же, как и погрешность значения массы закиси-окиси урана, определяется двумя составляющими — методической погрешностью в условиях сходимости и чистой воспроизводимостью, обусловленной взвешиванием

$$S_{m2}^2 = S_{\text{метод.}m2}^2 + S_{\text{взвешивания}}^2. \quad (Б.13)$$

Так как для серии результатов измерений в соответствии с методикой используют одно и то же значение «холостого» опыта, то есть вычитают как «const», то в разброс результатов измерений в условиях сходимости оно не вносит своего вклада. Нужен отдельный эксперимент по установлению СКО результатов измерений «холостого» опыта и его верхней оценки $\sigma_{хол}(\Delta)$. Поскольку результат измерения «холостой» по МВИ — это среднее из двух параллельных определений, то

$$S_{\text{метод.}m2} = \frac{\sigma_{хол}(\Delta)}{\sqrt{2}}. \quad (Б.14)$$

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

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

Таким образом значение $S_{m2}$ для весов с погрешностью взвешивания ±0,2 мг составит 0,2528 мг, а для весов с погрешностью ±0,1 мг — 0,2095 мг.

Б.1.3.4 Погрешность значения массы навески исходной пробы $M$ определяют только погрешностью весов и, следовательно, $S_M = S_{\text{взвешивания}}$.

Таким образом значение $S_M$ для весов с погрешностью взвешивания ±0,2 мг составит 0,1633 мг, а для весов с погрешностью ±0,1 мг — 0,0816 мг.

Б.1.3.5 Оценку дисперсии $S^2_F$ коэффициента пересчета закиси-окиси урана на уран проводят исходя из формулы (Б.2) расчета коэффициента $F$

$$S^2_F = \left(\frac{\partial F}{\partial P}\right)^2 S^2_P = (0{,}000016)^2\, S^2_P\,. \qquad (Б.15)$$

Атомную долю U-235 определяют с использованием масс-спектрометрической МВИ. Доверительные границы погрешности этой методики в диапазоне атомных долей U-235 от 1,0 % до 99,9 % не превышает $\Delta_P$ = ±0,3 ат. д. (%). Результаты измерений подчиняются нормальному закону распределения.

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

$$S_F = 2{,}45 \cdot 10^{-6}.$$

Б.1.3.6 Значения величин, формирующих коэффициенты перед дисперсиями в формуле (Б.10) рассчитывают исходя из реальных значений, принимаемых переменными в зависимости от поддиапазона измеряемых массовых долей урана.

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

Значения коэффициента пересчета $F$ в зависимости от значения атомной доли, процентного содержания изотопа U-235 изменяются в диапазоне от $F_{max}$ = 0,848 до $F_{min}$ = 0,846. Учитывая это небольшое различие, а также то, что при установлении приписанной погрешности МВИ используют аппарат верхних оценок, для расчетов коэффициентов перед дисперсиями в формуле (Б.10) использовано одно, независимо от диапазона содержаний U-235, максимальное значение $F_{max}$.

Значения массы навески исходной пробы $M$ в зависимости от диапазона определяемых содержаний приведены в таблице Б.3.

Таблица Б.3

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

Для расчетов коэффициентов перед дисперсиями в каждом поддиапазоне определяемых содержаний использованы значения $M$, формирующие наибольшее значение коэффициента. Результаты расчетов приведены в таблице Б.4.

Таблица Б.4

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

Б.1.3.7 Расчет интервальной оценки чистой воспроизводимости методики проводят по формуле

$$\theta = 1{,}96 \cdot S_x. \qquad (Б.16)$$

В таблицах Б.5, Б.6 приведены рассчитанные характеристики чистой воспроизводимости в виде точечной (дисперсия $S^2_x$) и интервальной оценки ($\theta$) в зависимости от диапазона определяемых содержаний и погрешности используемых при измерениях весов.

Таблица Б.5 — Погрешность весов $\Delta_m$ = ±0,2 мг

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

Таблица Б.6 — Погрешность весов $\Delta_m$ = ±0,1 мг

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

**Б.2 Уран. Методика титриметрического определения в технологических продуктах**

**Б.2.1 Суть метода**

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

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

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

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot T \cdot 100}{m \cdot 1000}, \qquad (Б.17)$$

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

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

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

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

**Б.2.2 Оценка чистой воспроизводимости МВИ**

Б.2.2.1 В соответствии с формулой расчета результата измерения (Б.17) чистая воспроизводимость методики θ обусловлена погрешностью взятия навески пробы $\theta_m$; погрешностью установления разности объемов раствора ванадата аммония ($V$—$V_0$), израсходованных на титрование пробы и холостого опыта $\theta_1$, и погрешностью установления титра раствора ванадата аммония $\theta_T$.

Относительное значение чистой воспроизводисти методики рассчитывают по формуле

$$\theta = 1{,}1 \cdot \sqrt{\theta_m^2 + \theta_1^2 + \theta_T^2}. \qquad (Б.18)$$

Б.2.2.2 Массу отобранной для анализа пробы устанавливают как разность результатов двух взвешиваний — тары с навеской и пустой тары. Оценку погрешности взвешивания навески пробы проводят по формуле

$$\Delta_m = \sqrt{\Delta_B^2 + \Delta_B^2} = 1{,}4 \cdot \Delta_B \text{ или в относительных единицах } \theta_m = 1{,}4 \cdot \frac{\Delta_B}{m}, \qquad (Б.19)$$

где $\Delta_B$ — предел допустимой погрешности взвешивания весов, мг.

Б.2.2.3 Оценку относительного значения погрешности установления разности объемов $\theta_1$ проводят по формуле

$$\theta_1 = \frac{\sqrt{\Delta_V^2 + \Delta_{V_0}^2 + 2V_к^2}}{V - V_0}, \qquad (Б.20)$$

где $\Delta_V$ — абсолютная погрешность измерения объема $V$, см$^3$;

$\Delta_{V_0}$ — абсолютная погрешность измерения объема $V_0$, см$^3$;

$V_к$ = 0,03 — объем капли, учитываемый как составляющая чистой воспроизводимости для каждого титрования, см$^3$;

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

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

Погрешности измерения объемов $\Delta_V$ и $\Delta_{V_0}$ обусловлены погрешностью используемой для титрования мерной посуды (бюретки).

Так как алгоритм измерений по методике предусматривает проведение «холостого» опыта с каждой анализируемой пробой, то случайную погрешность «холостого» опыта не учитывают в качестве составляющей чистой воспроизводимости МВИ. Эта погрешность внесет свой вклад в показатель сходимости методики.

В случае, если для серии результатов измерений по методике предусмотрено использование одного и того же значения «холостого» опыта для всех анализируемых в серии проб, то есть вычитается как «const», то в разброс результатов измерений в условиях сходимости случайная погрешность «холостого» опыта не вносит своего вклада. При таком алгоритме измерений случайная погрешность «холостого» опыта должна быть учтена как составляющая чистой воспроизводимости МВИ. При проведении аттестации методики потребуется отдельный эксперимент по установлению СКО результатов измерений «холостого» опыта и его верхней оценки $\sigma_{хол}(\Delta)$. Оценка погрешности $\theta_1$ в этом случае должна быть проведена по формуле

$$\theta_1 = \frac{\sqrt{\Delta_V^2 + \Delta_{V_0}^2 + \varepsilon_{V_0}^2 + 2V_к^2}}{V - V_0}, \qquad (Б.21)$$

где $\varepsilon_{V_0} = \frac{2 \cdot \sigma_{хол}(\Delta)}{\sqrt{n}}$ — абсолютное значение случайной составляющей погрешности определения объема $V_0$ «холостого» опыта,

где $n$ — количество параллельных определений «холостого» опыта, предусмотренное методикой.

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

$$T_{NH_4VO_3/U} = \frac{C_{АС} \cdot V_П}{V_Б - V_0}, \qquad (Б.22)$$

где $C_{АС}$ — аттестованное значение массовой концентрации урана в аттестованной смеси, мг/см$^3$;

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

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

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

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

Таким образом, погрешность установления титра раствора ванадиевокислого аммония $\theta_Т$ определяют погрешностью аттестованной смеси $\Delta C_{АС}$, погрешностью установления разности объемов раствора ванадата аммония, израсходованных на титрование пробы и холостого опыта $\Delta(V_Б — V_0)$, погрешностью отбора аликвоты аттестованной смеси $\Delta V_П$, случайной составляющей погрешности установления титра растворов ванадата аммония $\varepsilon_Т$. Оценку погрешности установления титра проводят по формуле

$$\theta_Т = \sqrt{\left(\frac{\Delta V_П}{V_П}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_{АС}}{C_{АС}}\right)^2 + \left(\frac{\sqrt{\Delta V_Б^2 + \Delta V_0^2 + 2V_k^2}}{V_Б - V_0}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_Т}{Т}\right)^2}. \qquad (Б.23)$$

где $\varepsilon_Т = \frac{2 \cdot \sigma_Т(\Delta)}{\sqrt{k}}$ — абсолютное значение случайной составляющей погрешности определения титра раствора ванадата аммония;

$\sigma_Т(\Delta)$ — верхняя оценка СКО результатов измерений титра раствора ванадата аммония;

$k$ — количество параллельных определений титра ванадата аммония, предусмотренное методикой.

Б.2.2.5 На основании проведенных оценок составляющих в соответствии с формулой (Б.18) для каждого поддиапазона измеряемых содержаний урана устанавливают значения чистой воспроизводимости методики.

### Б.3 Лития гидрид. Методика фотометрического определения азота

#### Б.3.1 Суть метода

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

Навеску гидрида лития растворяют в воде, отгоняют аммиак с помощью водяного пара, который конденсируют в приемнике с серной кислотой. Проводят измерение интенсивности окраски растворов, полученных после

прибавления реактива Несслера. Преобразование аналитических сигналов в единицы содержания азота в анализируемой пробе проводят с использованием градуировочной зависимости оптической плотности растворов от содержания азота. Построение градуировочной характеристики проводят один раз в три месяца методом наименьших квадратов, контроль стабильности градуировки в промежутках между построениями не предусмотрен.

**Б.3.2 Оценка чистой воспроизводимости МВИ**

Б.3.2.1 Чистая воспроизводимость методики ($\theta$) обусловлена погрешностью пробоподготовки ($\theta_{пр}$), погрешностью образцов для градуировки ($\theta_{ог}$), погрешностью построения градуировочной характеристики ($\theta_{постр.гр}$), инструментальной составляющей погрешности $\theta_{изм}$ (см. примечание 1), и ее относительное значение вычисляют по формуле

$$\theta = 1{,}1\cdot\sqrt{\theta_{пр}^2 + \theta_{ог}^2 + \theta_{постр.гр}^2 + 2\theta_{изм}^2}\ . \qquad (Б.24)$$

Примечания

1 Строго говоря, вместо инструментальной составляющей погрешности $\theta_{изм}$ необходимо учитывать временной дрейф $R$. Но его величина не регламентирована в технической документации на средство измерений (спектрофотометр). Там регламентирована лишь погрешность (суммарная) спектрофотометра — $\theta_{изм}$. Проведение специальных исследований временного дрейфа по 6.3.3 настоящего стандарта в данном случае нецелесообразно, т. к. эта величина невелика в сравнении с другими составляющими погрешности и поэтому небольшое завышение оценки чистой воспроизводимости из-за использования $\theta_{изм}$ вместо $R$ несущественно. Наличие множителя 2 в формуле (Б.24) обусловлено тем, что влияние временного дрейфа сказывается на результатах измерений дважды: при построении градуировочной характеристики и при измерении аналитического сигнала от анализируемых проб.

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

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

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

$$\theta_{гр} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \sum_i \left(\frac{\Delta_{V_i}}{V_i}\right)^2}\ , \qquad (Б.25)$$

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

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

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

$$\theta_{ог} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C}{C}\right)^2 + \sum_{i=1}^{6}\left(\frac{\Delta V_i}{V_i}\right)^2}\ . \qquad (Б.26)$$

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

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

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

Б.3.2.4 Погрешность построения градуировочной характеристики в каждой точке градуировочной характеристики рассчитывают в соответствии с 6.4 настоящего стандарта.

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

$$\theta_{изм} = \frac{\lg e}{\lg T_0 / T_k}\sqrt{\left(\frac{\Delta T}{T_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta T}{T_k}\right)^2}, \quad (Б.27)$$

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

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

$T_k$ — коэффициент пропускания, соответствующий оптической плотности фотометрируемого раствора, %.

Расчет $\theta_{изм}$ проводят для каждой точки градуировочной характеристики (в каждом поддиапазоне измеряемых содержаний азота).

Б.3.2.6 На основании проведенных оценок составляющих в соответствии с формулой (Б.24) для каждого поддиапазона измеряемых содержаний азота устанавливают значения чистой воспроизводимости методики.

### Б.4 Оценка чистой воспроизводимости методики для масс-спектрометрических МВИ

Б.4.1 Масс-спектрометрические измерения изотопного состава веществ (наибольший интерес представляют измерения плутония и урана) можно разделить на измерения в твердой фазе и в газовой фазе. Из измерений в твердой фазе наибольшее распространение в отрасли получили измерения на термоионизационных масс-спектрометрах и масс-спектрометрах с индуктивно связанной плазмой. По типу разделения ионных пучков масс-спектрометры чаще встречаются с постоянным магнитом. Исходя из перечисленных масс-спектрометрических установок можно провести классификацию погрешностей масс-спектрометрических измерений. К этапам, на которых формируется погрешность в масс-спектрометрических измерениях, можно отнести следующие: пробоподготовка и ввод пробы, ионизация и формирование пучка ионов, разделение ионов, детектирование ионов, регистрация ионных токов, обработка.

**Б.4.2 Пробоподготовка и ввод пробы**

Наиболее типичным фактором, оказывающим влияние на погрешность, является фактор, обусловленный влиянием изобарных примесей, различных органических примесей и т. п. Для оценки влияния этого фактора может быть проведена химическая очистка вещества, а также использование СО с близким химическим составом, после чего проводят варьирование фактора на верхнем и нижнем уровнях. К данному типу погрешности можно также отнести погрешность, обусловленную фактором, оказывающим влияние из-за различных типов исходных соединений в анализируемой пробе, что приводит к различной интенсивности ионных пучков. Отчасти здесь же может проявляться эффект фракционирования, но его влияние может быть уменьшено посредством подбора режимов работы прибора, выбора химического соединения анализируемого вещества, а также подложки.

**Б.4.3 Ионизация и формирование пучка ионов, разделение ионов**

Наибольшее влияние на погрешность измерений оказывает дискриминационный эффект. Снижение этого фактора может достигаться путем уменьшения времени измерений, но при этом увеличивается количество измерений. Фактически это переводит погрешность в разряд случайных (ряд других составляющих погрешности масс-спектрометрических измерений типа дрейфа интенсивностей ионного пучка и т. п. также могут быть переведены в разряд случайных). Тем не менее оценку данного фактора можно проводить на очищенных пробах или СО с различным изотопным составом путем варьирования обогащения в анализируемой пробе. Еще одним важным влияющим фактором является эффект памяти, уменьшения его влияния добиваются посредством очистки внутренних частей масс-спектрометра. Для прецизионных измерений может быть использован прием вилки (поочередное измерение пробы и СО более высокого и менее высокого содержания) и т. п.

Например, для оценки погрешности, обусловленной данными факторами, может быть поочередно проведена группа измерений обедненного и обогащенного урана, при этом в качестве оценки фактора используют следующую разницу отношений:

$$\theta_{фактор} = \frac{\left[\left(\frac{C^{235}_{изм}/C^{238}_{изм}}{C^{235}_{CO}/C^{238}_{CO}}\right)_{верхн} - \left(\frac{C^{235}_{изм}/C^{238}_{изм}}{C^{235}_{CO}/C^{238}_{CO}}\right)_{нижн}\right]}{2}, \quad (Б.28)$$

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

$C^i_{CO}$ — содержание U-235 или U-238 в СО или очищенной пробе;

«верхн» и «нижн» — уровни влияния фактора, соответствующие разному обогащению материала.

**Б.4.4 Детектирование ионов и регистрация**

Для данного этапа характерны также погрешности, носящие дискриминационный характер и связанные с тем, что ширина ионного пучка может превосходить ширину приемника (коллектора). Тут могут возникать и всевозможные краевые эффекты, вносящие дополнительную погрешность. Влияние данных факторов может быть снижено посредством грамотной настройки прибора. Для вторично-электронного умножителя могут наблюдаться

дискриминационные эффекты из-за зависимости коэффициента усиления от массы изотопа. Наиболее эффективным способом оценки влияния данных факторов может быть использование СО (по разнице измеренного и аттестованного значений).

**Б.4.5 Обработка результатов измерений**

Для современных МВИ измерения выполняют с использованием программных средств. При аттестации МВИ необходимо учитывать возможную погрешность обработки результатов измерений. Оценить влияние данного фактора можно также при использовании СО (по разнице измеренного и аттестованного значений).

Как видно из проведенного анализа, погрешность от ряда факторов может быть переведена в разряд случайных погрешностей, а наиболее значимые факторы оценены с использованием однофакторного дисперсионного анализа, при этом при варьировании одного фактора происходит варьирование и части других факторов.

**Б.4.6 Пример оценки чистой воспроизводимости для масс-спектрометрических измерений урана**

Изотопный состав урана определяют на нескольких масс-спектрометрах типа MAT-262. Таким образом, погрешности, обусловленные временной нестабильностью ионного тока и т. п., учитывают при оценке случайной составляющей МВИ. Для оценки факторов фракционирования, различных дискриминационных эффектов были проведены многократные измерения СО природного урана и СО обогащенного урана (диоксид урана). Оценка проводилась по формуле (Б.28). Были получены следующие результаты (см. таблицу Б.7).

Таблица Б.7

| Наименование СО | Аттестованное значение, отношение U235/U238 | Измеренное значение U235/U238 по $n$ = 30 параллельным определениям (на разных масс-спектрометрах) | $\left(\frac{C^{235}_{изм}}{C^{238}_{изм}}\right) \Big/ \left(\frac{C^{235}_{CO}}{C^{238}_{CO}}\right)$ | Величина оценки фактора, отн. ед. |
|---|---|---|---|---|
| СО природного урана | 0,000708 | 0,000708 | 1,000000 | 0,0001125 |
| СО обогащенного урана | 0,044520 | 0,044530 | 1,000225 | |

**Б.5 Оценка чистой воспроизводимости методики для гамма-спектрометрических МВИ**

Б.5.1 Гамма-спектрометрические измерения изотопного состава веществ (наибольший интерес представляют измерения плутония и урана и продуктов их деления) можно разделить на измерения с использованием программной обработки результатов, при которой происходит внутренняя калибровка, и на те, где необходимо построение градуировочной характеристики (общий подход к построению градуировочных характеристик изложен в приложении К). В последнее десятилетие широкое распространение получили гамма-спектрометрические установки на основе приборов U-Pu Inspector с программами обработки спектров MGA и MGAU. Метод измерений с использованием этих программ обработки спектров построен на следующем принципе: с использованием полупроводникового гамма-спектрометра с высоким энергетическим разрешением регистрируют фотонное излучение в мягкой области энергий, испускаемое изотопами урана (или плутония) и продуктами их распада.

Б.5.2 Чистая воспроизводимость методики может быть обусловлена несколькими факторами.

Наиболее значимое влияние оказывает фактор, обусловленный толщиной стенки контейнера. Например, если материал контейнера (или упаковки и т. п.) сталь и стенки контейнера толщиной свыше 10 мм, то погрешность, обусловленная этим фактором, при измерении урана может достигать 30 %. Для других материалов необходимо делать пересчет ослабления гамма-излучения. Наиболее простым способом оценки данного фактора может быть варьирование влияющего фактора на различных уровнях.

Например, проводят измерения по всем возможным значениям толщин стенок контейнера — 3, 5, 7, 10 мм, для всего диапазона измерений U-235. При этом проводят не менее 20 параллельных измерений для каждой толщины. Для оценки этого фактора должны быть использованы образцы большой массовой поверхностной плотности. Для каждого результата измерений рассчитывают дисперсии. Образуют интервалы измерений U-235 в зависимости от толщин стенок контейнера. Для каждого из образованных интервалов рассчитывают значение систематической составляющей погрешности измерения U-235, обусловленной влиянием фактора толщины стенки контейнера, по формуле

$$\theta_{кр} = \frac{\left|\overline{X}_{max} - \overline{X}_{min}\right|}{2} + 1{,}96 \cdot \sqrt{\frac{S^2_{max}}{4L} + \frac{S^2_{min}}{4L}}, \qquad (Б.29)$$

где $\overline{X}_{max}, \overline{X}_{min}$ — максимальное и минимальное значения средних арифметических значений $L$ результатов измерений U-235, соответствующих границам интервалов значений толщин стенок контейнера;

$S^2_{max}, S^2_{min}$ — значения дисперсий для максимального и минимального значений измеренных величин, соответствующих границам образованных интервалов содержания U-235.

Для контейнеров из других видов материалов следует проводить расчет значений толщин стенок контейнера по формуле

$$d_{\text{др.мат}} = d_{\text{таб}} \cdot \frac{\mu_{\text{др мат}} \cdot \rho_{\text{др.мат}}}{\mu_{\text{таб}} \cdot \rho_{\text{таб}}}, \qquad (Б.30)$$

где $d_{\text{др.мат}}$ и $d_{\text{таб}}$ — толщины стенок контейнера из другого материала и стали соответственно;

$\mu_{\text{др.мат}}$ и $\mu_{\text{таб}}$ — массовые коэффициенты ослабления излучения в другом материале и стали соответственно;

$\rho_{\text{др.мат}}$ и $\rho_{\text{таб}}$ — плотности другого материала и стали соответственно.

Формула (Б.30) справедлива для линейных коэффициентов ослабления.

Б.5.3 Важным фактором, оказывающим влияние на погрешность МВИ, является фактор массовой поверхностной плотности измеряемых образцов. Оценка данного фактора может быть проведена на основании результатов измерений модельных проб, приготавливаемых с различными массовыми поверхностными плотностями. Например, для материалов, содержащих примерно 0,3, 0,5, 1,5, 3,0, 5,0, 7,0, 10,0 гU/см$^2$, проводят многократные измерения каждой модельной пробы. Оценка влияния массовой поверхностной плотности может быть проведена по формуле (Б.29).

Б.5.4 При гамма-спектрометрических измерениях влияющим фактором на погрешность МВИ является погрешность определения эффективности регистрации гамма-спектрометра. Используемая в МВИ программа обработки спектров проводит определение относительной эффективности регистрации по пикам измеряемого материала (внутреннюю калибровку), поэтому величина данного фактора не будет превосходить погрешности используемых СО по МВИ.

Б.5.5 Приборную погрешность, как правило, переводят в разряд случайных погрешностей путем набора данных на нескольких приборах при аттестации МВИ.

Б.5.6 Существенное влияние на погрешность МВИ оказывает время набора спектра. При аттестации чаще всего выбирают конкретный временной режим или несколько режимов и для этих условий устанавливают характеристики МВИ.

### Б.6 Методика контроля толщины стенки труб из сплавов циркония (пример «технологической» составляющей погрешности)

Б.6.1 Принцип действия установки, применяемой в методике, основан на измерении временного интервала между ультразвуковыми сигналами, отраженными от наружной и внутренней поверхностей трубы. Установка осуществляет линейное поступательное перемещение трубы. При этом измерительный блок установки, содержащий пьезоэлектрические преобразователи, вращается вокруг трубы. За один оборот проводится 40 измерений толщины стенки, труба при этом перемещается на 2 мм.

Б.6.2 Длительность измеряемого временного интервала $\tau$ пропорциональна толщине стенки трубы $T$: $\tau = N/v$, однако зависит и от скорости распространения ультразвука $v$ в материале трубы. Скорость распространения ультразвука $v$ может быть неоднородной: различной для труб разных партий, для труб одной партии и даже в разных местах одной трубы. Это приводит к «технологической» составляющей погрешности. Ее исследование проводилось следующим образом: на установке измерялась толщина стенки выбранного участка трубы, этот участок вырезался и толщина стенки измерялась средствами линейно-угловых измерений (интерферометром). Такие сравнительные измерения были проведены на большом количестве отрезков труб, вырезанных из труб разных партий. В результате были определены СКО, характеризующие неоднородность труб по скорости распространения ультразвука: «внутрипартийное» СКО $\sigma_{\text{вп}}$, характеризующее разброс скорости ультразвука в трубах одной партии, и «межпартийное» СКО $\sigma_{\text{мп}}$ — характеризующее разброс скорости ультразвука между трубами разных партий.

Б.6.3 Величина $\sigma_{\text{вп}}$ является аналогом показателя сходимости результатов измерений, а $\sigma_{\text{мп}}$ — аналогом показателя воспроизводимости (для краткости здесь мы не рассматриваем другие составляющие погрешности данной методики, а только лишь составляющие, обусловленные влиянием скорости ультразвука), и естественно обе они входят в погрешность методики. Но помимо этих величин есть еще и величина, являющаяся аналогом правильности. Действительно, настройку установки проводят по стандартным образцам и, если скорость ультразвука в стандартном образце не равна средней (по всем возможным партиям труб) скорости ультразвука в контролируемых трубах, то это приведет к систематическому сдвигу результатов измерений. Поэтому методикой предусмотрено регулярное определение средней скорости ультразвука в контролируемых трубах и периодическое ее уточнение. В свою очередь каждому экземпляру стандартного образца присваивают значение «акустической поправки», определяющейся разностью между скоростью ультразвука в этом образце и средней скоростью ультразвука в контролируемых трубах.

### Б.7 МВИ диаметра топливных таблеток (пример «технологической» составляющей погрешности)

Б.7.1 Методика предназначена взамен применяемых для измерений диаметра таблеток стандартизованных средств измерений — обычных гладких микрометров МК-25. Необходимость методики обусловлена предполагаемым ужесточением требований к характеристикам таблеток, в т.ч. и к диаметру. Необходимо отметить, что форма реальных таблеток из диоксида урана неидеальна, отличается от идеального цилиндра: таблетка может быть конусной, седловидной, бочкообразной и т. д., что делает необходимым измерение диаметра в разных сечениях по длине таблетки. Применение гладкого микрометра МК-25 не позволяет это осуществить, т. к. диаметр пятки микрометра составляет 8 мм, а номинальная длина таблетки — 10 мм. Для повышения точности измерений и

обеспечения измерений диаметра в разных сечениях по длине таблетки был предложен прибор, перемещающий таблетку параллельно ее оси и измеряющий диаметр в нескольких сечениях. Прибор имеет высокую точность: и систематическая, и случайная составляющие погрешности, определяемые на мерах — стальных цилиндрах с формой, близкой к идеальной, — не более ±2 мкм.

Б.7.2 Однако, таблетка может иметь неидеальную форму и в каждом сечении — она может быть овальной, иметь нечетную огранку и т. д. Очевидно, что схема измерений для рассматриваемого прибора не обеспечивает измерений диаметра, учитывающих такие неидеальности формы таблетки. Поэтому овальность таблеток непосредственно войдет в погрешность измерений. Определить овальность таблетки можно другим прибором, обеспечивающим измерение при вращении таблетки.

Б.7.3 В данном случае на «технологическую» составляющую погрешности непосредственно влияет овальность таблеток. Для ее определения необходимо исследовать технологическое распределение овальности штатных таблеток. В дальнейшем при применении методики необходимо контролировать эту составляющую, поскольку изменения технологии приведут и к ее изменению.

### Б.8 МВИ плотности и пористости топливных таблеток методом гидростатического взвешивания (пример исключения корреляции между влияющими погрешностями)

Б.8.1 Топливную таблетку взвешивают (*D* — «сухая» масса таблетки), насыщают ее поры водой, промакивают таблетку, удаляя воду с поверхности таблетки, но оставляя ее в открытых порах, и определяют «насыщенную» массу таблетки *M*. Затем таблетку взвешивают в воде (результат взвешивания — *S*). Плотность таблетки ρ, г/см$^3$, вычисляют по формуле

$$\rho = \rho_в(t)D/(M - S), \qquad (Б.31)$$

где $\rho_в(t)$ — значение плотности воды, как функция ее температуры.

Б.8.2 Было бы неверно для оценки чистой воспроизводимости вычислять ее как

$$\theta = 1{,}1\sqrt{\left[\frac{\partial\rho}{\partial\rho_в}\Delta_{\rho в}\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial D}\Delta_D\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial M}\Delta_M\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial S}\Delta_S\right]^2}, \qquad (Б.32)$$

поскольку погрешности измерения величин *D*, *M*, *S* коррелированны друг с другом, да и непонятно, как оценить погрешности $\Delta_M$ и $\Delta_S$.

Б.8.3 Для исключения корреляции преобразуем формулу (Б.31), введя обозначения

$$m = M - D,\ V = (D - S)/\rho_в, \qquad (Б.33)$$

тогда:

$$\rho = \rho_в D/[(M - D) + (D - S)] = \rho_в D/[m + V\rho_в]. \qquad (Б.34)$$

Теперь величины $\rho_в$, *D*, *m* — масса воды в открытых порах таблетки, *V* — воображаемый объем таблетки (каким был бы объем, если бы не было открытых пор) некоррелированы друг с другом и легко можно оценить их погрешности:

- $\Delta_{\rho в}$ — это погрешность табличных значений зависимости плотности воды от температуры;
- $\Delta_D$ — погрешность взвешивания сухой таблетки;
- $\Delta_V$ — погрешность измерений объема объекта, не имеющего пор; она может быть определена по результатам взвешивания в воде меры объема в виде стального шара объемом, близким к объему таблетки;
- $\Delta_m$ — погрешность разности насыщенной и сухой масс, то есть погрешность процедур насыщения и промакивания; она может быть определена по разбросу результатов измерений величины *m* на реальных таблетках с разной открытой пористостью.

В результате получаем:

$$\theta = 1{,}1\sqrt{\left[\frac{\partial\rho}{\partial\rho_в}\Delta_{\rho в}\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial D}\Delta_D\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial m}\Delta_m\right]^2 + \left[\frac{\partial\rho}{\partial V}\Delta_V\right]^2}. \qquad (Б.35)$$

Б.8.4 Случайную составляющую погрешности в условиях сходимости необходимо определять на реальных таблетках.

### Б.9 Методика вихретокового контроля содержания гадолиния в таблетках снаряженного твэла (пример МВИ с неустойчивой погрешностью)

Б.9.1 Принцип действия применяемой в МВИ установки основан на регистрации сигнала, зависящего от магнитной восприимчивости таблеток, а, следовательно, от содержания гадолиния в таблетках, поскольку магнитная восприимчивость окиси гадолиния примерно в 200 раз больше, чем диоксида урана. При контроле содержания гадолиния в таблетках штатных твэлов обнаружилось, что на некоторых таблетках величина выходного сигнала по неизвестной причине в 4—5 раз больше, чем на соседних таблетках. Это явление (неустойчивая ситуация) наблюдается довольно редко — примерно на одной таблетке из 10000, то есть примерно в одном твэле из 30 (в твэле примерно 300 таблеток).

Б.9.2 Проведенный химический анализ содержания гадолиния в «аномальных» таблетках показал, что содержание гадолиния в «аномальных» таблетках соответствует норме. Аномально большая величина сигнала может быть обусловлена наличием в материале таблеток магнитных примесей (железа, никеля). При аттестации методики учитывалась дополнительная погрешность, обусловленная этим фактором. Эту погрешность оценивали исходя из того, что содержание магнитных материалов в таблетках не превышает установленную в технических условиях норму. Но такой подход оказался неверным, поскольку методы химического анализа содержания железа не могут обнаружить его аномальное содержание в одной таблетке из 10000, да это и не требуется. Возможно аномально большая величина сигнала обусловлена осколками магнитных материалов, хоть и редко, но попадающих в твэл (возможно, это микрооскольки пресс-формы).

Б.9.3 В данном случае неустойчивая погрешность методики обусловлена редко появляющимся фактором, и тем не менее эта методика не может быть допущена к применению, т. к. это приведет к значительным экономическим потерям вследствие ложной перебраковки примерно 3 % твэлов. Единственным способом является доработка установки и МВИ путем включения дополнительного измерительного канала и исключения влияния магнитных примесей.

### Б.10 Металлографическая МВИ характеристик эвтектоидных включений в бронзе (пример МВИ с неустойчивой погрешностью)

Б.10.1 МВИ заключается в подготовке металлографического шлифа слитка бронзы, получении файла изображения этого участка шлифа с использованием микроскопа, видеокамеры и устройства видеозахвата и обработке изображения компьютерной программой.

Б.10.2 Если слиток содержит «толстые» эвтектоидные включения, то это негативно скажется при технологической обработке (растворении) слитков. Поэтому в качестве основной характеристики, определяющей качество слитков бронзы, технологами были выбраны диаметры окружностей, вписанных в узлы эвтектоидных включений, и соответствующее техническое требование было сформулировано в виде: «Наибольший диаметр окружности ... на поле шлифа размерами … должен быть не более … мкм».

Б.10.3 Аппаратурное и программное обеспечение МВИ позволяет достаточно надежно отличить участки шлифа, занятые эвтектоидными включениями, от основной фазы — относительная погрешность определения доли площади шлифа, занятой эвтектоидными включениями, невелика — не превышает ±0,6 %. Однако в отношении вписанных окружностей возникают трудности. Если в центре эвтектоидного узла есть участок основной фазы, он сразу вдвое уменьшит диаметр вписанной окружности, хотя на растворимость эвтектоидного узла практически не повлияет. Причем, если этот участок мал, то при воспроизведении измерений он может быть идентифицирован, как участок основной фазы, а может быть и нет, то есть принят за эвтектоидное включение. В результате случайная погрешность МВИ резко вырастет, то есть будет неустойчивой. В аналогичных случаях часто используют ограничивающие формулировки, например: «участки основной фазы внутри эвтектоидного узла размером менее 5 мкм не учитывают». Но такие формулировки не решают проблемы. Во-первых, вследствие случайной погрешности размер граничного участка основной фазы может быть определен как менее, так и более 5 мкм, что, очевидно, не устраняет неустойчивости погрешности. Во-вторых, если внутри эвтектоидного узла находится много участков основной фазы размером 3—4 мкм, то такой узел легко растворится, но результаты металлографического контроля будут признаны отрицательными.

Б.10.4 В данном случае причина неустойчивости погрешности заключается в некорректной формулировке технических требований к характеристике, определяющей качество слитков. Действительно, диаметр вписанной окружности — характеристика интуитивно понятная, и создается впечатление, что она легко может быть проконтролирована. Но это впечатление неверное. В данном случае можно лишь значительно уменьшить частоту появления неустойчивых ситуаций путем введения корректных требований.

Примеров МВИ с неустойчивой погрешностью, аналогичных приведенному, довольно много. Но общего решения, как устранить неустойчивость погрешности, нет. Иногда путем введения более корректных формулировок технических требований удается полностью устранить неустойчивость, а иногда не полностью, но погрешность может быть снижена до приемлемого уровня с точки зрения экономических потерь вследствие ложной перебраковки продукции.

## Приложение В
(справочное)

## Проверка на нормальность по *W*-критерию

В.1 Полученные данные располагают в порядке их возрастания ($3 \le n \le 50$).

В.2 Данные оформляют в виде таблицы В.1.

Таблица В.1

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| $i$ | $x_i$ | $x_i^2$ | $j$ | $a_{n-j+1}$ | $x_{n-j+1}-x_j$ | [5]. [6] |
| 1 | $x_1$ | $x_1^2$ | | | | |
| 2 | $x_2$ | $x_2^2$ | | | | |
| 3 | $x_3$ | $x_3^2$ | | | | |
| ... | ... | ... | ... | ... | ... | ... |
| $n-l+1$ | $x_{n-l+1}$ | $x_{n-l+1}^2$ | $n-l$ | $a_{n-l+1}$ | $x_{n-l+1}-x_l$ | $a_{n-l+1}\cdot(x_{n-l+1}-x_l)$ |
| ... | ... | ... | ... | ... | ... | ... |
| $n-1$ | $x_{n-1}$ | $x_{n-1}^2$ | 2 | $a_{n-1}$ | $x_{n-1}-x_2$ | $a_{n-1}\cdot(x_{n-1}-x_2)$ |
| $n$ | $x_n$ | $x_n^2$ | 1 | $a_n$ | $x_n-x_1$ | $a_n\cdot(x_n-x_1)$ |
| | | | | | | |
| | $\sum_{i=1}^{n} x_i$ | $\sum_{i=1}^{n} x_i^2$ | | | | $\sum_{j=1}^{l} a_{n-j+1}\cdot(x_{n-j+1}-x_j)$ |

В графы 1, 2 и 3 заносят порядковые номера упорядоченных данных, сами данные и их квадраты соответственно.

В графу 4 заносят значения порядкового индекса $j$ для $j = 1, 2, \ldots, l$ в обратном порядке, чем индекс $i$. При этом:

- $l = n/2$, если $n$ четное;
- $l = (n-1)/2$, если $n$ нечетное.

В графу 5 записываются к индексу $j$ соответствующие величины коэффициентов $a_{n-j+1}$. Значения коэффициентов находят по таблице В.2.

В графу 6 заносят разности чисел $x_{n-l+1} - x_l$ для $j = 1, 2, \ldots, l$.

В графу 7 заносят значения произведений $a_{n-l+1}\cdot(x_{n-l+1} - x_l)$ для $j = 1, 2, \ldots, l$.

В.3 При помощи сумм полученных в графах 2, 3 и 7 вычисляются характеристики:

$$\phi^2 = \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}{n}, \quad b^2 = \left[\sum_{j=1}^{l} a_{n-j+1}\cdot(x_{n-j+1} - x_j)\right]^2 \qquad (В.1)$$

и находят значение критерия: $W = \dfrac{b^2}{\varphi^2}$.

В.4 Для данного уровня значимости $\alpha$ находят в таблице В.3 соответствующую величину $W^*$. Для найденной величины $W^*$ справедливо, что $\alpha = P\{W < W^*\}$. Следовательно, вероятность того, что вычисленное значение $W$ будет меньше величины $W^*$, равна $\alpha$, и критическую область образуют все значения $W < W^*$.

**В.5 Принятие решения**

В.5.1 Заключение о том, что проверяемая гипотеза отвергается, то есть, что опытное распределение не соответствует нормальному, делают, если вычисленное значение критерия $W$ попадает в критическую область, то есть справедливо $W < W^*$.

В.5.2 Заключение о том, что проверяемая гипотеза не отвергается, то есть, что опытное распределение соответствует нормальному, делают, если вычисленное значение критерия $W$ не попадает в критическую область, то есть справедливо $W \ge W^*$.

Таблица В.2 — Коэффициенты $a_{n-j+1}$ для вычисления критерия проверки $W$

| $j$ | $n$ | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
| 1 | 0,7071 | 0,6872 | 0,6646 | 0,6431 | 0,6233 | 0,6052 | 0,5888 | 0,5789 | 0,5601 | 0,5475 |
| 2 | — | 0,1677 | 0,2413 | 0,2806 | 0,3031 | 0,3164 | 0,3244 | 0,3291 | 0,3315 | 0,3325 |
| 3 | — | — | — | 0,0875 | 0,1401 | 0,1743 | 0,1976 | 0,2141 | 0,2260 | 0,2347 |
| 4 | — | — | — | — | — | 0,0561 | 0,0947 | 0,1224 | 0,1429 | 0,1586 |
| 5 | — | — | — | — | — | — | — | 0,0399 | 0,0695 | 0,0922 |
| 6 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 0,0303 |

*Продолжение таблицы В.2*

| $j$ | $n$ | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 |
| 1 | 0,5359 | 0,5251 | 0,5150 | 0,5056 | 0,4968 | 0,4886 | 0,4808 | 0,4734 | 0,4643 | 0,4590 |
| 2 | 0,3325 | 0,3318 | 0,3306 | 0,3290 | 0,3273 | 0,3253 | 0,3232 | 0,3211 | 0,3185 | 0,3156 |
| 3 | 0,2412 | 0,2460 | 0,2495 | 0,2521 | 0,2540 | 0,2553 | 0,2561 | 0,2565 | 0,2578 | 0,2571 |
| 4 | 0,1707 | 0,1802 | 0,1878 | 0,1939 | 0,1988 | 0,2027 | 0,2059 | 0,2085 | 0,2119 | 0,2131 |
| 5 | 0,1099 | 0,1240 | 0,1353 | 0,1447 | 0,1524 | 0,1587 | 0,1641 | 0,1686 | 0,1736 | 0,1764 |
| 6 | 0,0539 | 0,0727 | 0,0880 | 0,1005 | 0,1109 | 0,1197 | 0,1271 | 0,1334 | 0,1399 | 0,1443 |
| 7 | — | 0,0240 | 0,0433 | 0,0593 | 0,0725 | 0,0837 | 0,0932 | 0,1013 | 0,1092 | 0,1150 |
| 8 | — | — | — | 0,0196 | 0,0359 | 0,0496 | 0,0612 | 0,0711 | 0,0804 | 0,0878 |
| 9 | — | — | — | — | — | 0,0163 | 0,0303 | 0,0422 | 0,0530 | 0,0618 |
| 10 | - | — | — | — | — | — | — | 0,0140 | 0,0263 | 0,0368 |
| 11 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 0,0122 |

*Продолжение таблицы В.2*

| $j$ | $n$ | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 32 |
| 1 | 0,4542 | 0,4493 | 0,4450 | 0,4407 | 0,4366 | 0,4328 | 0,4291 | 0,4254 | 0,4220 | 0,4188 |
| 2 | 0,3126 | 0,3098 | 0,3069 | 0,3043 | 0,3018 | 0,2992 | 0,2968 | 0,2944 | 0,2921 | 0,2898 |
| 3 | 0,2563 | 0,2554 | 0,2543 | 0,2533 | 0,2522 | 0,2510 | 0,2499 | 0,2487 | 0,2475 | 0,2463 |
| 4 | 0,2139 | 0,2145 | 0,2148 | 0,2151 | 0,2152 | 0,2151 | 0,2150 | 0,2148 | 0,2145 | 0,2141 |
| 5 | 0,1787 | 0,1807 | 0,1822 | 0,1836 | 0,1848 | 0,1857 | 0,1864 | 0,1870 | 0,1874 | 0,1878 |
| 6 | 0,1480 | 0,1512 | 0,1539 | 0,1563 | 0,1534 | 0,1601 | 0,1616 | 0,1630 | 0,1641 | 0,1651 |
| 7 | 0,1201 | 0,1245 | 0,1283 | 0,1316 | 0,1346 | 0,1372 | 0,1395 | 0,1415 | 0,1433 | 0,1449 |
| 8 | 0,0941 | 0,0997 | 0,1046 | 0,1089 | 0,1123 | 0,1162 | 0,1192 | 0,1219 | 0,1243 | 0,1265 |
| 9 | 0,0696 | 0,0764 | 0,0823 | 0,0876 | 0,0923 | 0,0965 | 0,1002 | 0,1036 | 0,1066 | 0,1093 |
| 10 | 0,0459 | 0,0539 | 0,0610 | 0,0672 | 0,0728 | 0,0778 | 0,0822 | 0,0862 | 0,0899 | 0,0931 |
| 11 | 0,0228 | 0,0321 | 0,0403 | 0,0476 | 0,0540 | 0,0598 | 0,0650 | 0,0697 | 0,0739 | 0,0777 |
| 12 | — | 0,0107 | 0,0200 | 0,0284 | 0,0358 | 0,0424 | 0,0483 | 0,0537 | 0,0585 | 0,0629 |
| 13 | — | — | — | 0,0094 | 0,0178 | 0,0253 | 0,0320 | 0,0381 | 0,0435 | 0,0485 |
| 14 | — | — | — | — | — | 0,0081 | 0,0159 | 0,0227 | 0,0289 | 0,0344 |
| 15 | — | — | — | — | — | — | — | 0,0076 | 0,0144 | 0,0206 |
| 16 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | 0,0068 |

*Продолжение таблицы В.2*

| j | n | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 33 | 34 | 35 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 |
| 1 | 0,4156 | 0,4127 | 0,4096 | 0,4068 | 0,4040 | 0,4015 | 0,3989 | 0,3964 | 0,3940 |
| 2 | 0,2876 | 0,2854 | 0,2834 | 0,2813 | 0,2794 | 0,2774 | 0,2755 | 0,2737 | 0,2719 |
| 3 | 0,2451 | 0,2439 | 0,2427 | 0,2415 | 0,2403 | 0,2391 | 0,2380 | 0,2368 | 0,2357 |
| 4 | 0,2137 | 0,2132 | 0,2127 | 0,2121 | 0,2116 | 0,2110 | 0,2104 | 0,2096 | 0,2091 |
| 5 | 0,1880 | 0,1882 | 0,1883 | 0,1883 | 0,1883 | 0,1881 | 0,1880 | 0,1878 | 0,1876 |
| 6 | 0,1660 | 0,1667 | 0,1674 | 0,1678 | 0,1683 | 0,1686 | 0,1689 | 0,1691 | 0,1693 |
| 7 | 0,1463 | 0,1475 | 0,1487 | 0,1496 | 0,1505 | 0,1513 | 0,1520 | 0,1526 | 0,1531 |
| 8 | 0,1284 | 0,1301 | 0,1317 | 0,1331 | 0,1344 | 0,1356 | 0,1365 | 0,1376 | 0,1384 |
| 9 | 0,1118 | 0,1140 | 0,1160 | 0,1178 | 0,1198 | 0,1211 | 0,1225 | 0,1237 | 0,1248 |
| 10 | 0,0961 | 0,0988 | 0,1014 | 0,1036 | 0,1056 | 0,1075 | 0,1092 | 0,1108 | 0,1123 |
| 11 | 0,0812 | 0,0844 | 0,0873 | 0,0890 | 0,0924 | 0,0947 | 0,0967 | 0,0996 | 0,1014 |
| 12 | 0,0669 | 0,0706 | 0,0739 | 0,0770 | 0,0798 | 0,0824 | 0,0818 | 0,0870 | 0,0891 |
| 13 | 0,0530 | 0,0572 | 0,0610 | 0,0645 | 0,0677 | 0,0706 | 0,0733 | 0,0759 | 0,0782 |
| 14 | 0,0395 | 0,0441 | 0,0484 | 0,0523 | 0,0559 | 0,0592 | 0,0622 | 0,0651 | 0,0677 |
| 15 | 0,0262 | 0,0314 | 0,0368 | 0,0404 | 0,0444 | 0,0481 | 0,0515 | 0,0546 | 0,0575 |
| 16 | 0,0131 | 0,0187 | 0,0239 | 0,0287 | 0,0331 | 0,0372 | 0,0402 | 0,0444 | 0,0476 |
| 17 | — | 0,0062 | 0,0119 | 0,0112 | 0,0220 | 0,0264 | 0,0305 | 0,0343 | 0,0379 |
| 18 | — | — | — | 0,0052 | 0,0110 | 0,0158 | 0,0203 | 0,0244 | 0,0283 |
| 19 | — | — | — | — | — | 0,0053 | 0,0101 | 0,0146 | 0,0188 |
| 20 | — | — | — | — | — | — | — | 0,0049 | 0,0084 |

*Продолжение таблицы В.2*

| j | n | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 42 | 43 | 44 | 45 | 46 | 47 | 48 | 49 | 50 |
| 1 | 0,3917 | 0,3894 | 0,3872 | 0,3850 | 0,3830 | 0,3808 | 0,3789 | 0,3770 | 0,3751 |
| 2 | 0,2701 | 0,2684 | 0,2667 | 0,2651 | 0,2635 | 0,2620 | 0,2604 | 0,2589 | 0,2574 |
| 3 | 0,2345 | 0,2334 | 0,2323 | 0,2313 | 0,2302 | 0,2291 | 0,2281 | 0,2271 | 0,2260 |
| 4 | 0,2085 | 0,2078 | 0,2072 | 0,2065 | 0,2058 | 0,2052 | 0,2045 | 0,2038 | 0,2032 |
| 5 | 0,1874 | 0,1871 | 0,1868 | 0,1865 | 0,1862 | 0,1859 | 0,1855 | 0,1851 | 0,1847 |
| 6 | 0,1694 | 0,1695 | 0,1695 | 0,1695 | 0,1695 | 0,1695 | 0,1693 | 0,1692 | 0,1691 |
| 7 | 0,1535 | 0,1539 | 0,1542 | 0,1545 | 0,1548 | 0,1550 | 0,1551 | 0,1553 | 0,1554 |
| 8 | 0,1392 | 0,1398 | 0,1405 | 0,1410 | 0,1415 | 0,1420 | 0,1423 | 0,1427 | 0,1430 |
| 9 | 0,1259 | 0,1268 | 0,1278 | 0,1286 | 0,1293 | 0,1300 | 0,1306 | 0,1312 | 0,1317 |
| 10 | 0,1136 | 0,1149 | 0,1160 | 0,1170 | 0,1180 | 0,1189 | 0,1197 | 0,1205 | 0,1212 |
| 11 | 0,1020 | 0,1035 | 0,1049 | 0,1062 | 0,1073 | 0,1085 | 0,1095 | 0,1105 | 0,1113 |
| 12 | 0,0909 | 0,0927 | 0,0943 | 0,0959 | 0,0972 | 0,0986 | 0,0998 | 0,1010 | 0,1020 |
| 13 | 0,0804 | 0,0824 | 0,0842 | 0,0860 | 0,0876 | 0,0892 | 0,0906 | 0,0919 | 0,0932 |
| 14 | 0,0701 | 0,0729 | 0,0745 | 0,0765 | 0,0783 | 0,0801 | 0,0817 | 0,0832 | 0,0846 |
| 15 | 0,0602 | 0,0628 | 0,0651 | 0,0673 | 0,0694 | 0,0713 | 0,0731 | 0,0748 | 0,0764 |
| 16 | 0,0506 | 0,0534 | 0,0569 | 0,0584 | 0,0522 | 0,0628 | 0,0648 | 0,0667 | 0,0685 |
| 17 | 0,0411 | 0,0442 | 0,0471 | 0,0497 | 0,0439 | 0,0546 | 0,0568 | 0,0588 | 0,0608 |

*Окончание таблицы В.2*

| $j$ | $n$ | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 42 | 43 | 44 | 45 | 46 | 47 | 48 | 49 | 50 |
| 18 | 0,0318 | 0,0352 | 0,0383 | 0,0412 | 0,0357 | 0,0465 | 0,0489 | 0,0511 | 0,0532 |
| 19 | 0,0227 | 0,0263 | 0,0295 | 0,0328 | 0,0277 | 0,0385 | 0,0411 | 0,0436 | 0,0459 |
| 20 | 0,0136 | 0,0175 | 0,0211 | 0,0245 | 0,0197 | 0,0307 | 0,0335 | 0,0361 | 0,0386 |
| 21 | 0,0045 | 0,0087 | 0,0126 | 0,0163 | 0,0118 | 0,0229 | 0,0259 | 0,0288 | 0,0314 |
| 22 | — | — | 0,0042 | 0,0081 | 0,0039 | 0,0153 | 0,0185 | 0,0215 | 0,0244 |
| 23 | — | — | — | — | — | 0,0076 | 0,0111 | 0,0143 | 0,0174 |
| 24 | — | — | — | — | — | — | 0,0037 | 0,0071 | 0,0104 |
| 25 | — | — | — | — | — | — | — | — | 0,0035 |

Таблица В.3 — Квантили распределения проверочного критерия нормальности $W$ для $n$ = 3 – 50

| $n$ | $\alpha$ | | $n$ | $\alpha$ | | $n$ | $\alpha$ | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 0,05 | 0,10 | | 0,05 | 0,10 | | 0,05 | 0,10 |
| 3 | 0,767 | 0,789 | 19 | 0,901 | 0,917 | 35 | 0,934 | 0,944 |
| 4 | 0,748 | 0,792 | 20 | 0,905 | 0,920 | 36 | 0,935 | 0,945 |
| 5 | 0,762 | 0,806 | 21 | 0,908 | 0,923 | 37 | 0,936 | 0,946 |
| 6 | 0,788 | 0,826 | 22 | 0,911 | 0,926 | 38 | 0,938 | 0,947 |
| 7 | 0,803 | 0,838 | 23 | 0,914 | 0,928 | 39 | 0,939 | 0,948 |
| 8 | 0,818 | 0,851 | 24 | 0,916 | 0,930 | 40 | 0,940 | 0,949 |
| 9 | 0,829 | 0,859 | 25 | 0,918 | 0,931 | 41 | 0,941 | 0,950 |
| 10 | 0,842 | 0,869 | 26 | 0,920 | 0,933 | 42 | 0,942 | 0,951 |
| 11 | 0,850 | 0,876 | 27 | 0,923 | 0,935 | 43 | 0,943 | 0,951 |
| 12 | 0,859 | 0,883 | 28 | 0,924 | 0,936 | 44 | 0,944 | 0,952 |
| 13 | 0,866 | 0,889 | 29 | 0,926 | 0,937 | 45 | 0,945 | 0,953 |
| 14 | 0,874 | 0,895 | 30 | 0,927 | 0,939 | 46 | 0,945 | 0,953 |
| 15 | 0,881 | 0,901 | 31 | 0,929 | 0,940 | 47 | 0,946 | 0,954 |
| 16 | 0,887 | 0,906 | 32 | 0,930 | 0,941 | 48 | 0,947 | 0,954 |
| 17 | 0,892 | 0,910 | 33 | 0,931 | 0,942 | 49 | 0,947 | 0,955 |
| 18 | 0,897 | 0,914 | 34 | 0,933 | 0,943 | 50 | 0,947 | 0,955 |

## Приложение Г
(справочное)

## Проверка на нормальность по составному критерию

При числе результатов наблюдений $15 < n < 50$ нормальность их распределения проверяют при помощи составного критерия (по ГОСТ Р 8.736).

Критерий 1

Вычисляют отношение $\tilde{d}$

$$\tilde{d} = \frac{\sum_{i=1}^{n} |x_i - \bar{x}|}{nS^*}, \quad (Г.1)$$

где $S^*$ — смещенная оценка СКО, вычисляемая по формуле

$$S^* = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n}}. \quad (Г.2)$$

Результаты наблюдений группы можно считать распределенными нормально, если $d_{1-q_1/2} < \tilde{d} \le d_{q_1/2}$, где $d_{1-q_1/2}$ и $d_{q_1/2}$ — квантили распределения — табличные данные по числу $n$ и заранее выбранному уровню значимости критерия $q_1$ из таблицы Г.1.

Критерий 2

Можно считать, что результаты наблюдений принадлежат нормальному распределению, если не более $m$ разностей $|x_i - \bar{x}|$ превзошли значение $z_{P/2} \cdot S$, где $S$ — оценка СКО, вычисляемая по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (Г.3)$$

а $z_{P/2}$ — верхний квантиль распределения нормированной функции Лапласа, отвечающий вероятности $P/2$. Значение $P$ определяют по выбранному уровню значимости $q_2$ и по числу результатов наблюдений $n$. В таблице Г.2 приведены значения $P$ и $z_{P/2}$ для $q_2 \cdot 100\ \% = 5\ \%$.

В случае если при проверке нормальности распределения результатов наблюдений группы для критерия 1 выбран уровень значимости $q_1$, а для критерия 2 — $q_2$, то результирующий уровень значимости составного критерия $q \le q_1 + q_2$.

В случае если хотя бы один из критериев не соблюдается, то считают, что распределение результатов наблюдений группы не соответствует нормальному.

Таблица Г.1 — Статистика $d$

| $n$ | $(q_1/2) \cdot 100\ \%$ | $(1-q_1/2)\ 100\ \%$ |
|---|---|---|
| | 5 % | 95 % |
| 16 | 0,8884 | 0,7236 |
| 21 | 0,8768 | 0,7304 |
| 26 | 0,8686 | 0,7360 |
| 31 | 0,8625 | 0,7404 |
| 36 | 0,8578 | 0,7440 |
| 41 | 0,8540 | 0,7470 |
| 46 | 0,8508 | 0,7496 |
| 51 | 0,8481 | 0,7518 |

Таблица Г.2 — Значения $P$ и $z_{P/2}$ для $q_2 \cdot 100\ \% = 5\ \%$

| $n$ | $m$ | $P$ | $z_{P/2}$ |
|---|---|---|---|
| 10 | 1 | 0,96 | 2,06 |
| 11—14 | 1 | 0,97 | 2,17 |

*Окончание таблицы Г.2*

| $n$ | $m$ | $P$ | $z_{P/2}$ |
|---|---|---|---|
| 15—20 | 1 | 0,98 | 2,33 |
| 21—22 | 2 | 0,96 | 2,05 |
| 23 | 2 | 0,96 | 2,05 |
| 24—27 | 2 | 0,97 | 2,17 |
| 28—32 | 2 | 0,97 | 2,33 |
| 33—35 | 2 | 0,98 | 2,33 |
| 36—49 | 2 | 0,98 | 2,33 |

## Приложение Д
## (справочное)

## Критерий Колмогорова

Д.1 Для применения критерия Колмогорова экспериментальные данные (ЭД) требуется представить в виде вариационного ряда (ЭД недопустимо объединять в разряды). В качестве меры расхождения между теоретической $F(x)$ и эмпирической $F_n(x)$ функциями распределения непрерывной случайной величины $X$ используют модуль максимальной разности

$$d_n = \max|F(x) - F_n(x)|. \quad (Д.1)$$

А.Н. Колмогоров доказал, что какова бы ни была функция распределения $F(x)$ величины $X$ при неограниченном увеличении количества наблюдений $n$ функция распределения случайной величины $d_n\sqrt{n}$ асимптотически приближается к функции распределения

$$K(\lambda) = P(d_n\sqrt{n} < \lambda) = \sum_{k=-\infty}^{\infty} (-1)^k \exp(-2k^2\lambda^2). \quad (Д.2)$$

Иначе говоря, критерий Колмогорова характеризует вероятность того, что величина $d_n\sqrt{n}$ не будет превосходить параметр $\lambda$ для любой теоретической функции распределения. Уровень значимости $\alpha$ выбирается из условия

$$P(d_n\sqrt{n} > \lambda) = \alpha = 1 - K(\lambda), \quad (Д.3)$$

в силу предположения, что почти невозможно получить это равенство, когда существует соответствие между функциями $F(x)$ и $F_n(x)$. Критерий Колмогорова позволяет проверить согласованность распределений по малым выборкам, он проще критерия $\chi^2$-квадрат, поэтому его часто применяют на практике.

Д.2 В соответствии с условиями применения критерия, выстроив результаты измерения в порядке возрастания и присвоив каждому индекс «$i$»: $i = 1 \ldots n$, необходимо пользоваться следующим соотношением

$$d_n = \max(d_n^+, d_n^-). \quad (Д.4)$$

где $d_n^+ = \max\limits_{1 \le i \le n}\left|\frac{i}{n} - F(x_i)\right|; d_n^- = \max\limits_{1 \le i \le n}\left|F(x_i) - \frac{i-1}{n}\right|$. (Д.5)

Д.3 Условия применения критерия предусматривают, что теоретическая функция распределения известна полностью — известны вид функции и значения ее параметров. На практике параметры обычно неизвестны и оцениваются по ЭД. Но критерий не учитывает уменьшение числа степеней свободы при оценке параметров распределения по исходной выборке. Это приводит к завышению значения вероятности соблюдения нулевой гипотезы, то есть повышается риск принять в качестве правдоподобной гипотезу, которая плохо согласуется с ЭД (повышается вероятность совершить ошибку второго рода). В качестве меры противодействия такому выводу следует увеличить уровень значимости $\alpha$, приняв его равным 0,1—0,2, что приведет к уменьшению зоны допустимых отклонений.

Критические значения критерия Колмогорова для 10 % и 5 % границ и малых и средних объемов выборок приведены в таблице Д.1.

Таблица Д.1

| $n$ | $d_{\alpha=0,1}$ | $d_{\alpha=0,05}$ | $n$ | $d_{\alpha=0,1}$ | $d_{\alpha=0,05}$ | $n$ | $d_{\alpha=0,1}$ | $d_{\alpha=0,05}$ | $n$ | $d_{\alpha=0,1}$ | $d_{\alpha=0,05}$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 3 | 0,636 | 0,708 | 13 | 0,325 | 0,361 | 23 | 0,247 | 0,275 | 33 | 0,208 | 0,231 |
| 4 | 0,565 | 0,624 | 14 | 0,314 | 0,349 | 24 | 0,242 | 0,269 | 34 | 0,205 | 0,227 |
| 5 | 0,509 | 0,563 | 15 | 0,304 | 0,338 | 25 | 0,238 | 0,264 | 35 | 0,202 | 0,224 |
| 6 | 0,468 | 0,519 | 16 | 0,295 | 0,327 | 26 | 0,233 | 0,259 | 36 | 0,199 | 0,221 |
| 7 | 0,436 | 0,483 | 17 | 0,286 | 0,318 | 27 | 0,229 | 0,254 | 37 | 0,196 | 0,218 |
| 8 | 0,410 | 0,454 | 18 | 0,278 | 0,309 | 28 | 0,225 | 0,250 | 38 | 0,194 | 0,215 |
| 9 | 0,387 | 0,430 | 19 | 0,271 | 0,301 | 29 | 0,221 | 0,246 | 39 | 0,191 | 0,213 |
| 10 | 0,369 | 0,409 | 20 | 0,265 | 0,294 | 30 | 0,218 | 0,242 | 40 | 0,189 | 0,210 |
| 11 | 0,352 | 0,391 | 21 | 0,259 | 0,287 | 31 | 0,214 | 0,238 | 50 | 0,170 | 0,177 |
| 12 | 0,338 | 0,375 | 22 | 0,253 | 0,281 | 32 | 0,211 | 0,234 | 100 | 0,121 | 0,134 |

Д.4 Проверяют с использованием критерия Колмогорова гипотезу о том, что ЭД, представленные в таблице Д.2, подчиняются нормальному распределению при уровне значимости $\alpha = 0,1$.

Необходимые вычисления можно провести с использованием табличного процессора: значение эмпирической функции распределения $F_n(x_i) = i/44$; значения теоретической функции $F(x_i)$ — это значение функции нормального распределения в точке $x_i$.

Значения теоретической функции нормального распределения в точке $x_i$ вычисляют по формуле

$$F(x_i) = \Phi\left(\frac{X_i - \overline{X}}{\sigma}\right) + 0,5, \qquad (Д.6)$$

где $\Phi$ — табулированный интеграл Лапласа;

$\overline{X}$ — среднее значение в выборке;

$\sigma$ — СКО выборки.

В учебниках по метрологии величина $\frac{X_i - \overline{X}}{\sigma}$ может быть обозначена буквой $z$.

Таблица Д.2 — Исходные данные и результаты вычислений

| $i$ | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $x_i$ | 25,79 | 25,98 | 25,98 | 26,12 | 26,13 | 26,49 | 26,52 | 26,60 | 26,66 | 26,69 | 26,74 |
| $Fn(x_i)$ | 0,023 | 0,046 | 0,068 | 0,091 | 0,114 | 0,136 | 0,159 | 0,182 | 0,204 | 0,227 | 0,250 |
| $F(x_i)$ | 0,036 | 0,055 | 0,055 | 0,073 | 0,075 | 0,144 | 0,151 | 0,170 | 0,188 | 0,196 | 0,211 |
| $d_n^+$ | 0,014 | 0,009 | 0,013 | 0,018 | 0,038 | 0,008 | 0,008 | 0,012 | 0,016 | 0,032 | 0,039 |
| $d_n^-$ | 0,036 | 0,032 | 0,010 | 0,005 | 0,016 | 0,031 | 0,014 | 0,011 | 0,006 | 0,009 | 0,016 |

*Продолжение таблицы Д.2*

| $i$ | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $x_i$ | 26,85 | 26,90 | 26,91 | 26,96 | 27,02 | 27,11 | 27,19 | 27,21 | 27,28 | 27,30 | 27,38 |
| $Fn(x_i)$ | 0,273 | 0,296 | 0,318 | 0,341 | 0,364 | 0,386 | 0,409 | 0,432 | 0,455 | 0,477 | 0,500 |
| $F(x_i)$ | 0,246 | 0,263 | 0,267 | 0,284 | 0,305 | 0,337 | 0,371 | 0,378 | 0,406 | 0,412 | 0,447 |
| $d_n^+$ | 0,027 | 0,032 | 0,051 | 0,057 | 0,059 | 0,050 | 0,038 | 0,054 | 0,049 | 0,065 | 0,053 |
| $d_n^-$ | 0,004 | 0,010 | 0,028 | 0,034 | 0,036 | 0,027 | 0,015 | 0,031 | 0,026 | 0,042 | 0,031 |

*Продолжение таблицы Д.2*

| $i$ | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 32 | 33 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $x_i$ | 27,40 | 27,49 | 27,64 | 27,66 | 27,71 | 27,78 | 27,89 | 27,89 | 28,01 | 28,10 | 28,11 |
| $Fn(x_i)$ | 0,523 | 0,546 | 0,568 | 0,591 | 0,614 | 0,636 | 0,659 | 0,682 | 0,705 | 0,727 | 0,750 |
| $F(x_i)$ | 0,456 | 0,492 | 0,555 | 0,561 | 0,583 | 0,610 | 0,656 | 0,656 | 0,701 | 0,731 | 0,735 |
| $d_n^+$ | 0,067 | 0,053 | 0,013 | 0,030 | 0,031 | 0,026 | 0,003 | 0,026 | 0,003 | 0,004 | 0,015 |
| $d_n^-$ | 0,044 | 0,031 | 0,010 | 0,007 | 0,008 | 0,003 | 0,019 | 0,003 | 0,020 | 0,027 | 0,008 |

*Окончание таблицы Д.2*

| $i$ | 34 | 35 | 36 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $x_i$ | 28,37 | 28,38 | 28,50 | 28,63 | 28,67 | 28,90 | 28,99 | 28,99 | 29,03 | 29,12 | 29,28 |
| $Fn(x_i)$ | 0,773 | 0,795 | 0,818 | 0,841 | 0,864 | 0,886 | 0,909 | 0,932 | 0,955 | 0,977 | 1,000 |
| $F(x_i)$ | 0,817 | 0,819 | 0,851 | 0,879 | 0,888 | 0,928 | 0,939 | 0,940 | 0,944 | 0,954 | 0,968 |
| $d_n^+$ | 0,044 | 0,024 | 0,032 | 0,038 | 0,024 | 0,042 | 0,030 | 0,008 | 0,010 | 0,024 | 0,032 |
| $d_n^-$ | 0,067 | 0,046 | 0,055 | 0,061 | 0,047 | 0,064 | 0,053 | 0,031 | 0,013 | 0,001 | 0,009 |

В данном примере максимальные значения $d_n^+$ и $d_n^-$ одинаковы и равны 0,067. Из таблицы Д.1 при $\alpha = 0,1$ и $n = 44$ находят $d = 0,180$ (аппроксимация между 0,189 и 0,170).

Поскольку величина $\max d_n = 0,067$ меньше критического значения, гипотеза о принадлежности выборки нормальному закону не отвергается.

## Приложение Е
## (справочное)

## Анормальные результаты

### Е.1 Правила оценки анормальности результатов параллельных определений

При принятии решения об исключении или сохранении в общей выборке резко отклоняющихся результатов параллельных определений надо руководствоваться следующими принципами:

- критерии оценки предполагают нормальное распределение измеряемой величины;
- результаты обработки параллельных определений будут тем точнее, чем больше информации будет использовано.

### Е.2 Критерии оценки анормальности результатов параллельных определений при неизвестной дисперсии

Для упорядоченной выборки результатов параллельных определений $y_1 \le y_2 \le \ldots \le y_n$ подсчитывают выборочное среднее

$$\overline{y} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} y_i \qquad (Е.1)$$

и выборочное СКО

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \overline{y})^2}\ . \qquad (Е.2)$$

Чтобы оценить принадлежность $y_n$ и $y_1$ к данной нормальной совокупности и принять решение об исключении или сохранении $y_n$ ($y_1$) в составе выборки, находят отношение

$$U_n = \frac{y_n - \overline{y}}{S} \text{ и } U_1 = \frac{\overline{y} - y_1}{S}. \qquad (Е.3)$$

Результат сравнивают со справочной величиной $\beta$ для данного объема выборки $n$ и принятого уровня значимости $\alpha$.

Если $U_{1(n)} \ge \beta$, то подозреваемый в анормальности результат анормален и должен быть исключен, в противном случае его считают нормальным и не исключают.

Е.3 Рассмотрим применение данного критерия на примере. Получено пять значений твердости металла: НВ 180, НВ 182, НВ 183, НВ 184, НВ 196. Требуется оценить результат НВ 196 при заданном $\alpha = 0{,}05$.

Для критерия $U_n = \frac{y_n - \overline{y}}{S}$ вычисляют $\overline{y} = (180 + 182 + 183 + 184 + 196)/5 = 185$.

$S = [1/4\{(180 - 185)^2 + (182 - 185)^2 + (183 - 185)^2 + (184 - 185)^2 + (196 - 185)^2\}]^{1/2} = 6{,}3$,
откуда $U_n = (196 - 185)/6{,}3 = 1{,}75$.

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

Тогда $U_n > \beta$ и результат НВ 196 можно считать анормальным и исключить.

Таблица Е.1 — Предельные значения $\beta$ для случая неизвестного генерального СКО $\sigma$

| Объем выборки $n$ | Уровень значимости $\alpha$ | | Объем выборки $n$ | Уровень значимости $\alpha$ | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 0,10 | 0,05 | | 0,10 | 0,05 |
| 3 | 1,15 | 1,15 | 12 | 2,13 | 2,29 |
| 4 | 1,42 | 1,46 | 13 | 2,17 | 2,33 |
| 5 | 1,60 | 1,67 | 14 | 2,21 | 2,37 |
| 6 | 1,73 | 1,82 | 15 | 2,25 | 2,41 |
| 7 | 1,83 | 1,94 | 16 | 2,28 | 2,44 |
| 8 | 1,91 | 1,96 | 17 | 2,31 | 2,48 |
| 9 | 1,98 | 2,04 | 18 | 2,34 | 2,50 |
| 10 | 2,03 | 2,10 | 19 | 2,36 | 2,53 |
| 11 | 2,09 | 2,14 | 20 | 2,38 | 2,56 |

**Приложение Ж**
**(справочное)**

## Критерии проверки однородности дисперсий

### Ж.1 Критерий Фишера

Проверяют гипотезу о равенстве дисперсий двух нормальных распределений.

Имеются $X_1, X_2, ..., X_n$ — результаты независимых, проводимых в одинаковых условиях наблюдений величины $X$ и $Y_1, Y_2, ..., Y_n$ — величины $Y$, с соответствующими дисперсиями $\sigma_X$ и $\sigma_Y$, причем $\sigma_X > \sigma_Y$.

Необходимо проверить гипотезу: $H_0$: $\sigma_X^2 = \sigma_Y^2$.

Из независимости рядов $X_1, X_2, ..., X_n$ и $Y_1, Y_2, ..., Y_n$ — следует независимость величин $S_X^2$ и $S_Y^2$ (принимаемых в качестве приближенных значений $\sigma_X^2$, $\sigma_Y^2$), а значит и величин $\chi^2(l = n_X - 1)$ и $\chi^2(k = n_Y - 1)$, определяемых как

$$\chi^2(l = n_X - 1) = \frac{(n_X - 1)S_X^2}{\sigma_X^2}\ ,\ \chi^2(l = n_Y - 1) = \frac{(n_Y - 1)S_Y^2}{\sigma_Y^2}. \qquad (Ж.1)$$

Тогда в соответствии с определением $F$-распределения отношение $\frac{\chi^2(l)/l}{\chi^2(k)/k}$, будет иметь $F$-распределение с $l = n_{X-1}$ и $k = n_{Y-1}$ степенями свободы, то есть

$$F(l = n_X - 1,\ k = n_Y - 1) = \frac{S_X^2/\sigma_X^2}{S_Y^2/\sigma_Y^2}. \qquad (Ж.2)$$

Отсюда, если гипотеза верна, получаем, что для $\varphi = S^2_X/S^2_Y$ справедливо соотношение

$$\varphi = S_X^2/S_Y^2 = F(l = n_X - 1, k = n_Y - 1). \qquad (Ж.3)$$

Эту величину используют в качестве критерия при проверке гипотезы.

### Ж.2 Критерий Кохрена

Если есть более двух выборок и все выборки имеют одинаковый объем, то используют критерий Кохрена — отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий:

$$G = S^2_{max}/(S_1^2 + S_2^2 + \ ... \ + S_l^2). \qquad (Ж.4)$$

Распределение этой случайной величины зависит только от числа степеней свободы $k = n - 1$ и количества выборок $l$.

### Ж.3 Критерий Бартлетта

Если выборки нормальных генеральных совокупностей имеют разный объем, то сравнение дисперсий проводят по критерию Бартлетта.

Пусть генеральные совокупности $X_1, X_2, \ ... \ , X_l$ распределены нормально. Из этих совокупностей извлечены независимые выборки различных объемов $n_1, n_2, \ ... \ , n_l$. По выборкам найдены выборочные дисперсии $S_1^2 + S_2^2 + \ , \ ... \ , + S_l^2$.

Требуется по выборочным дисперсиям при заданном уровне значимости $\alpha$ проверить нулевую гипотезу, состоящую в том, что генеральные дисперсии рассматриваемых совокупностей равны между собой:

$$H_0: D(X_1) = D(X_2) = \ ... \ = D(X_l). \qquad (Ж.5)$$

Требуется установить, значимо или незначимо различаются выборочные дисперсии — гипотеза об однородности дисперсий.

Среднее арифметическое значение дисперсий, взвешенное по числам степеней свободы

$$\overline{S}^2 = \left(\sum_{i=1}^{l} k_i S_i^2\right) \Big/ k\ , \qquad (Ж.6)$$

где $k_i = n_i - 1$ — число степеней свободы, $k = \sum_{i=1}^{l} k_i$.

В качестве критерия проверки нулевой гипотезы об однородности дисперсий примем критерий Бартлетта — случайную величину

$$B = V/C, \qquad (Ж.7)$$

где $V = 2{,}303\left[k \lg \overline{S}^2 - \sum_{i=1}^{l} k_i \lg S_i^2\right]$, $C = 1 + \frac{1}{3(l-1)}\left[\sum_{i=1}^{l} \frac{1}{k_i} - \frac{1}{k}\right]$. (Ж.8)

Бартлетт установил, что случайная величина $B$ при условии справедливости нулевой гипотезы распределена приближенно как $\chi^2$ с $l - 1$ степенями свободы, если все $k_i > 2$. Учитывая, что $k_i = n_i - 1$, заключаем, что $n_i - 1 > 2$ или $n_i > 3$, то есть объем каждой из выборок должен быть не менее 4.

Критическую область строят правостороннюю исходя из требования, чтобы вероятность попадания критерия в эту область в предположении справедливости нулевой гипотезы была равна принятому уровню значимости:

$$P[B > \chi^2_{кр}(\alpha; l - 1)] = \alpha. \qquad (Ж.9)$$

Критическую точку $\chi^2_{кр}(\alpha; l - 1)$ находят по уровню значимости $\alpha$ и по числу степеней свободы $k = l - 1$, и тогда правостороннюю критическую область определяют неравенством $B > \chi^2_{кр}$, а область принятия гипотезы — неравенством $B \le \chi^2_{кр}$.

Правило: для того чтобы при заданном уровне значимости $\alpha$ проверить нулевую гипотезу об однородности дисперсий нормальных совокупностей, надо вычислить наблюдаемое значение критерия Бартлетта и по таблице критических точек распределения $\chi^2$ найти критическую точку $\chi^2_{кр}(\alpha, l - 1)$.

Если $B_{набл} \le \chi^2_{кр}$ — нет оснований отвергнуть нулевую гипотезу.

Если $B_{набл} > \chi^2_{кр}$ — нулевую гипотезу отвергают.

### Ж.4 Критерии для абсолютных и относительных дисперсий

#### Ж.4.1 Критерий Фишера

Гипотеза: $\sigma^2_X = \sigma^2_Y$ (абсолютные дисперсии) $\rightarrow \sigma^2_X/(\overline{x})^2 = \sigma^2_Y/(\overline{y})^2$ — относительные дисперсии.

#### Ж.4.2 Критерий Кохрена

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

$$\frac{S^2_{max}\Big/\left(\overline{x}_{max}\right)^2}{S_1^2\Big/\left(\overline{x}_1\right)^2 + S_2^2\Big/\left(\overline{x}_2\right)^2 + \ldots + S_l^2\Big/\left(\overline{x}_l\right)^2}$$ — относительные дисперсии.

#### Ж.4.3 Критерий Бартлетта

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

$D(X_1)/(\overline{x}_1)^2 = D(X_2)/(\overline{x}_2)^2 = \ldots = D(X_l)/(\overline{x}_l)^2$ — относительные дисперсии.

**Приложение И**
**(справочное)**

## Сравнение двух независимых выборок по Колмогорову и Смирнову

Если необходимо сравнить две независимые выборки измерений (или значений частот) и ответить на вопрос, относятся ли они к одной и той же генеральной совокупности, то наиболее строгим критерием однородности является критерий Колмогорова и Смирнова. Он включает в себя проверку всех видов различия распределений, в особенности различия средних положений (среднее значение, медиана), рассеяния, асимметрии и эксцесса, то есть различия функции распределения.

В качестве статистики служит наибольшая разность между ординатами обеих относительных кривых накопленных частот. При этом (при одинаковых для обеих выборок границах классов) накопленные частоты $F_1$ и $F_2$ делятся на соответствующие объемы выборок $n_1$ и $n_2$. Затем вычисляют разность $F_1/n_1 — F_2/n_2$. Максимум абсолютного значения этой разности и есть искомая статистика $D$ (для более интересного в этом случае двустороннего критерия)

$$D = \max\left|\left(\frac{F_1}{n_1} - \frac{F_2}{n_2}\right)\right|. \qquad (И.1)$$

Распределение статистики $D$ было табулировано Смирновым.

Для средних и больших объемов выборок ($n_1 + n_2 > 35$) критическое значение $D_{(\alpha)}$ может быть приближенно заменено выражением

$$D_{(\alpha)} = K_{(\alpha)}\sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1 \cdot n_2}}, \qquad (И.2)$$

где $K_{(\alpha)}$ — постоянная, зависящая от вероятности ошибки $\alpha$. Значения $K_{(\alpha)}$ приведены в таблице И.1.

Таблица И.1 — Значения $K_{(\alpha)}$ в зависимости от $\alpha$

| $\alpha$ | 0,20 | 0,15 | 0,10 | 0,05 | 0,01 | 0,001 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| $K_{(\alpha)}$ | 1,07 | 1,14 | 1,22 | 1,36 | 1,63 | 1,95 |

Если вычисленное на основании двух выборок значение $D$ равно критическому значению $D_{(\alpha)}$ или превосходит его, то имеется значимое различие.

Применение критерия на примере: необходимо сравнить два ряда измерений. О возможных различиях какого-либо вида ничего не известно. Следует проверить нуль-гипотезу: генеральные совокупности одинаковы, против альтернативной гипотезы: генеральные совокупности имеют различные распределения ($\alpha$ = 0,05, критерий двусторонний).

Ряд измерений 1: 2,1 3,0 1,2 2,9 0,6 2,8 1,6 1,7 3,2 1,7
Ряд измерений 2: 3,2 3,8 2,1 7,2 2,3 3,5 3,0 3,1 4,6 3,2
Десять значений каждого ряда упорядочим по величине.

Ряд измерений 1: 0,6 1,2 1,6 1,7 1,7 2,1 2,8 2,9 3,0 3,2
Ряд измерений 2: 2,1 2,3 3,0 3,1 3,2 3,2 3,5 3,8 4,6 7,2

Из распределений частот ($f_1$ и $f_2$) обеих выборок определяют накопленные частоты $F_1$ и $F_2$ и вычисляют отношения $F_1/n_1$ и $F_2/n_2$. Результаты вычислений приведены в таблице И.2.

Таблица И.2

| Интервал | 0,0—0,9 | 1,0—1,9 | 2,0—2,9 | 3,0—3,9 | 4,0—4,9 | 5,0—5,9 | 6,0—6,9 | 7,0—7,9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $f_1$ | 1 | 4 | 3 | 2 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| $f_2$ | 0 | 0 | 2 | 6 | 1 | 0 | 0 | 1 |
| $F_1/n_1$ | 1/10 | 5/10 | 8/10 | 10/10 | 10/10 | 10/10 | 10/10 | 10/10 |
| $F_2/n_2$ | 0/10 | 0/10 | 2/10 | 8/10 | 9/10 | 9/10 | 9/10 | 10/10 |
| $F_1/n_1 — F_2/n_2$ | 1/10 | 5/10 | 6/10 | 2/10 | 1/10 | 1/10 | 1/10 | 0 |

В качестве абсолютно наибольшей разности получаем значение $D$ = 6/10, которое меньше, чем критическое значение $D_{10(0,05)}$ = 7/10; следовательно, гипотеза об однородности сохраняется: на основании имеющихся выборок нельзя отвергать возможность существования общей генеральной совокупности.

**Приложение К**
**(справочное)**

## Построение функциональной зависимости между двумя величинами

К.1 В настоящем приложении рассматриваются способы построения функциональной зависимости

$$Y = F(X, a), \tag{К.1}$$

между двумя величинами $Y$ и $X$ по нескольким парам их случайных реализаций — ($X_j$, $Y_j$).

Здесь $a = (a_1, a_2, ..., a_m)$ — параметры функциональной зависимости (далее — модельной функции), $m$ — количество параметров.

Предполагают, что функциональная зависимость (К.1) строится при следующих допущениях:

- количество пар случайных величин — $n > m$;
- случайные величины $X_j$ и $Y_j$ подчиняются нормальному закону распределения, при этом известны или могут быть определены дисперсии этих величин $\sigma^2_{xj}$, $\sigma^2_{yj}$;
- случайные величины $X_j$ не коррелированы друг с другом;
- целью построения является нахождение наилучших значений параметров $a$ функциональной зависимости (К.1).

К.2 Описанные в настоящем приложении алгоритмы могут быть применены:

- для построения градуировочной характеристики, описываемой функциональной зависимостью вида (К.1), и оценки ее погрешности,
- для аппроксимации характеристик погрешности функциональной зависимостью вида (К.1).

В первом случае входными случайными величинами $X_j$ являются значения, воспроизводимые эталонами, стандартными образцами, аттестованными объектами [3], а выходными $Y_j$ — соответствующие значения выходного сигнала измерительного преобразователя.

Во втором случае входными случайными величинами $X_j$ являются средние значения параметра, измеряемого по МВИ в разных точках диапазона, выходные $Y_j$ — соответствующие оценки погрешности измерений.

К.3 В наиболее общем случае функциональную зависимость строят методом конфлюентного анализа, то есть параметры $a$ находят из условия (при $n > m$)

$$\chi^2_{min} = (n-m)^{-1} \sum_{j=1}^{n} \left[ F(X_j, a) - Y_j + \alpha_j \right]^2 \cdot W_j = \min, \tag{К.2}$$

где статистические веса $W_j$ и сдвиги $\alpha_j$ задаются формулами:

$$W_j = \left\{ \sigma^2_{yj} + \left[ \partial F(X_j, a) / \partial X_j \right]^2 \cdot \sigma^2_{xj} \right\}^{-1}; \tag{К.3}$$

$$\alpha_j = \frac{1}{2} \partial^2 F(X_j, a) / \partial X_j^2 \cdot \sigma^2_{xj}. \tag{К.4}$$

К.4 В случае малых значений погрешности аргумента, то есть при выполнении для всех $X_j$ (во всем диапазоне) неравенства

$$\left[ \partial F(X_j, a) / \partial X_j \right] \cdot \sigma_{xj} < \sigma_{yj} / 3, \tag{К.5}$$

градуировочную характеристику строят методом наименьших квадратов, то есть параметры $a$ находят из условия (при $n > m$)

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

то есть статистические веса $W_j = 1/\sigma^2_{yj}$, а сдвиги $\alpha_j = 0$.

К.5 В случае линейной зависимости $Y = kX + b$ и равноточных измерений (все $\sigma^2_{yj}$ равны) метод наименьших квадратов дает следующие оценки параметров $k$, $b$:

$$k = \left[ n \sum_{j=1}^{n} X_j Y_j - \sum_{j=1}^{n} X_j \sum_{j=1}^{n} Y_j \right] / \left[ n \sum_{j=1}^{n} X_j^2 - \left( \sum_{j=1}^{n} X_j \right)^2 \right], \tag{К.7}$$

$$b = \left[ \sum_{j=1}^{n} Y_j - k \sum_{j=1}^{n} X_j \right] / n, \tag{К.8}$$

К.6 В случае зависимости $Y = kX$ и равноточных измерений (все $\sigma_{yj}^2$ равны), оценка параметра $k$ равна (при $n > m$):

$$k = \left[\sum_{j=1}^{n} X_j Y_j\right] / \left[\sum_{j=1}^{n} X_j^2\right]. \quad (К.9)$$

К.7 Выбранная функция (К.1) правильно описывает функциональную зависимость, если выполняется условие

$$\chi_{min}^2 \leq \chi_{(n-m),\,0,95}^2/(n - m), \quad (К.10)$$

где $\chi_{min}^2$ — минимальное значение суммы квадратов (К.2);

$\chi_{(n-m);\,0,95}^2$ — 95 %-ный квантиль $\chi^2$-распределения с $(n - m)$ степенями свободы.

Если условие (К.10) не выполняется, то выбранная функция (К.1) неправильно описывает функциональную зависимость, и необходимо выбрать иную функцию.

К.8 Оценки погрешностей параметров $a$ и ширину доверительного интервала для зависимости (К.1) находят через элементы ковариационной матрицы $Z^{-1}$, пропорциональные корреляционным членам

$$\chi_{min}^2 \cdot Z_{ik}^{-1} = (\Delta_{ai} \cdot \Delta_{ak}). \quad (К.11)$$

Здесь $Z^{-1}$ — матрица, обратная матрице $Z$, элементы которой равны

$$Z_{ik}^{-1} = \sum_{j=1}^{n} \left[\partial F(X_j, a)/\partial a_i\right] W_j \left[\partial F(X_j, a)/\partial a_k\right]. \quad (К.12)$$

Погрешности оценок параметров $\varepsilon_{ai}$ и ширина доверительного интервала в точке $X$, выраженная в единицах величины выходного сигнала $I_Y(X)$, для доверительной вероятности 0,95 задаются формулами:

$$\varepsilon_{ai} = t_{(n-m)} \cdot (\chi_{min}^2 Z_{ik}^{-1})^{1/2}. \quad (К.13)$$

$$I_Y(X) = t_{(n-m)} \left\{\chi_{min}^2 \sum_{i=1}^{m}\sum_{k=1}^{m} Z_{ik}^{-1} \left[\partial F(X,a)/\partial a_i\right]\left[\partial F(X,a)/\partial a_k\right]\right\}^{1/2}, \quad (К.14)$$

где $t_{(n-m)}$ — квантиль распределения Стьюдента с $(n—m)$ степенями свободы для доверительной вероятности 0,95.

Ширина доверительного интервала в точке $X$, выраженная в единицах величины входного сигнала $I_X(X)$, то есть в единицах измеряемой величины, для доверительной вероятности 0,95 задается формулой:

$$I_X(X) = I_Y(X)/(\partial F/\partial X), \quad (К.15)$$

где частная производная берется в точке $X$.

Примечания

1 Погрешности оценок параметров $\varepsilon_{a_i}$ могут быть использованы для оценки значимости параметров $a_i$. Например, при построении градуировочной зависимости свободный член в (К.1) — $a_1$ часто представляет собой величину фонового сигнала. Критерием незначимости фона является условие

$$|a_1| \leq \varepsilon_{a_1}. \quad (К.16)$$

2 Ширина доверительного интервала в точке $X$, выраженная в единицах величины входного сигнала, $I_X(X)$ характеризует погрешность градуировочной характеристики (см. также 6.4 настоящего стандарта).

## Приложение Л
(справочное)

## Значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, $\chi^2$, Фишера, Кохрена и их аналогов

В таблицах Л.1—Л.4 настоящего приложения приведены значения коэффициента æ, квантилей распределений Стьюдента, $\chi^2$, Фишера, Кохрена, а также их аналогов для ряда исходных распределений — равномерного, треугольного, колоколообразного, косинусоидального и экспоненциального (см. таблицу 5.2 настоящего стандарта).

Таблица Л.1 — Значения коэффициента æ и квантилей распределения Стьюдента $t$ для количества степеней свободы $f$

| $f$ | Значения коэффициента æ | | | | | | Двусторонний квантиль распределения Стьюдента для $P = 0,95$ | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Норм | Равн. | Треуг. | Колок. | Косин. | Эксп. | Норм. | Равн. | Треуг. | Колок. | Косин | Эксп. |
| 1 | 15,95 | 16,1 | 15,4 | 15,6 | 15,11 | 19,84 | 12,706 | 19,390 | 13,344 | 13,231 | 14,659 | 9,911 |
| 2 | 4,41 | 4,07 | 4,20 | 4,26 | 4,06 | 5,82 | 4,303 | 5,745 | 4,388 | 4,440 | 4,822 | 3,482 |
| 3 | 2,92 | 2,57 | 2,76 | 2,82 | 2,67 | 3,89 | 3,182 | 3,840 | 3,243 | 3,257 | 3,445 | 2,731 |
| 4 | 2,37 | 2,05 | 2,25 | 2,28 | 2,16 | 3,14 | 2,776 | 3,147 | 2,837 | 2,818 | 2,956 | 2,497 |
| 5 | 2,09 | 1,80 | 1,98 | 2,02 | 1,90 | 2,72 | 2,571 | 2,786 | 2,618 | 2,610 | 2,679 | 2,366 |
| 6 | 1,92 | 1,64 | 1,82 | 1,85 | 1,74 | 2,46 | 2,447 | 2,590 | 2,495 | 1,998 | 2,523 | 2,291 |
| 7 | 1,80 | 1,54 | 1,70 | 1,74 | 1,64 | 2,28 | 2,365 | 2,469 | 2,394 | 2,391 | 2,418 | 2,240 |
| 8 | 1,71 | 1,48 | 1,62 | 1,66 | 1,57 | 2,15 | 2,306 | 2,368 | 2,330 | 2,281 | 2,359 | 2,207 |
| 9 | 1,65 | 1,42 | 1,56 | 1,59 | 1,51 | 2,05 | 2,262 | 2,317 | 2,290 | 2,239 | 2,286 | 2,175 |
| 10 | 1,59 | 1,39 | 1,51 | 1,54 | 1,47 | 1,96 | 2,228 | 2,273 | 2,250 | 2,239 | 2,256 | 2,142 |
| 11 | 1,55 | 1,36 | 1,48 | 1,50 | 1,43 | 1,90 | 2,201 | 2,238 | 2,220 | 2,239 | 2,256 | 2,133 |
| 12 | 1,52 | 1,33 | 1,44 | 1,47 | 1,40 | 1,84 | 2,179 | 2,211 | 2,192 | 2,182 | 2,200 | 2,116 |
| 13 | 1,49 | 1,31 | 1,42 | 1,44 | 1,38 | 1,79 | 2,160 | 2,195 | 2,172 | 2,170 | 2,186 | 2,103 |
| 14 | 1,46 | 1,29 | 1,39 | 1,42 | 1,36 | 1,75 | 2,145 | 2,170 | 2,156 | 2,158 | 2,168 | 2,093 |
| 15 | 1,44 | 1,28 | 1,37 | 1,40 | 1,34 | 1,71 | 2,131 | 2,145 | 2,146 | 2,137 | 2,141 | 2,089 |
| 16 | 1,42 | 1,26 | 1,36 | 1,38 | 1,32 | 1,68 | 2,120 | 2,142 | 2,131 | 2,125 | 2,133 | 2,074 |
| 17 | 1,40 | 1,25 | 1,34 | 1,36 | 1,31 | 1,66 | 2,110 | 2,135 | 2,120 | 2,114 | 2,120 | 2,072 |
| 18 | 1,38 | 1,24 | 1,33 | 1,35 | 1,30 | 1,63 | 2,101 | 2,124 | 2,115 | 2,106 | 2,104 | 2,064 |
| 19 | 1,37 | 1,23 | 1,31 | 1,33 | 1,29 | 1,61 | 2,093 | 2,104 | 2,103 | 2,098 | 2,103 | 2,056 |
| 20 | 1,36 | 1,22 | 1,30 | 1,32 | 1,28 | 1,59 | 2,086 | 2,103 | 2,092 | 2,087 | 2,096 | 2,056 |
| 22 | 1,34 | 1,21 | 1,28 | 1,30 | 1,26 | 1,55 | 2,074 | 2,084 | 2,085 | 2,074 | 2,083 | 2,044 |
| 24 | 1,32 | 1,20 | 1,27 | 1,28 | 1,24 | 1,52 | 2,064 | 2,068 | 2,064 | 2,060 | 2,074 | 2,040 |
| 26 | 1,30 | 1,19 | 1,25 | 1,27 | 1,23 | 1,49 | 2,056 | 2,068 | 2,060 | 2,055 | 2,059 | 2,032 |
| 28 | 1,29 | 1,18 | 1,24 | 1,26 | 1,22 | 1,47 | 2,048 | 2,061 | 2,056 | 2,050 | 2,059 | 2,027 |
| 30 | 1,27 | 1,17 | 1,23 | 1,25 | 1,21 | 1,45 | 2,042 | 2,046 | 2,049 | 2,041 | 2,047 | 2,018 |
| 35 | 1,25 | 1,15 | 1,21 | 1,22 | 1,19 | 1,40 | 2,030 | 2,039 | 2,033 | 2,038 | 2,034 | 2,015 |
| 40 | 1,23 | 1,14 | 1,19 | 1,20 | 1,17 | 1,37 | 2,021 | 2,027 | 2,022 | 2,020 | 2,019 | 2,004 |
| 45 | 1,21 | 1,13 | 1,18 | 1,19 | 1,16 | 1,35 | 2,014 | 2,021 | 2,018 | 2,018 | 2,018 | 2,000 |
| 50 | 1,20 | 1,12 | 1,17 | 1,18 | 1,15 | 1,33 | 2,009 | 2,008 | 2,007 | 2,007 | 2,011 | 1,998 |
| 60 | 1,18 | 1,11 | 1,15 | 1,16 | 1,14 | 1,29 | 2,000 | 2,005 | 2,000 | 1,998 | 2,004 | 1,993 |
| 70 | 1,16 | 1,10 | 1,14 | 1,15 | 1,13 | 1,27 | 1,994 | 1,998 | 1,995 | 1,994 | 1,997 | 1,989 |
| 80 | 1,15 | 1,09 | 1,13 | 1,14 | 1,12 | 1,24 | 1,990 | 1,991 | 1,992 | 1,992 | 1,994 | 1,986 |

*Окончание таблицы Л.1*

| $f$ | Значения коэффициента $\alpha_e$ | | | | | | Двусторонний квантиль распределения Стьюдента для $P = 0,95$ | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Норм. | Равн. | Треуг. | Колок. | Косин. | Эксп. | Норм. | Равн. | Треуг. | Колок. | Косин. | Эксп. |
| 90 | 1,14 | 1,09 | 1,12 | 1,13 | 1,11 | 1,23 | 1,987 | 1,987 | 1,990 | 1,987 | 1,988 | 1,983 |
| 100 | 1,13 | 1,08 | 1,11 | 1,12 | 1,10 | 1,21 | 1,984 | 1,984 | 1,986 | 1,984 | 1,983 | 1,978 |
| ∞ | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,00 | 1,960 | 1,960 | 1,960 | 1,960 | 1,960 | 1,960 |

Таблица Л.2 — 95 %-ные квантили $\chi^2$-распределения и его аналогов — $\chi^2_{0,95}$

| $f$ | $\chi^2_{0,95}$ | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Норм. | Равн. | Треуг. | Колок. | Косин. | Эксп |
| 1 | 0,0039 | 0,0038 | 0,0042 | 0,0041 | 0,0044 | 0,0025 |
| 2 | 0,1026 | 0,121 | 0,113 | 0,110 | 0,121 | 0,059 |
| 3 | 0,352 | 0,454 | 0,394 | 0,377 | 0,422 | 0,199 |
| 4 | 0,711 | 0,952 | 0,792 | 0,766 | 0,860 | 0,406 |
| 5 | 1,15 | 1,55 | 1,28 | 1,23 | 1,38 | 0,68 |
| 6 | 1,64 | 2,22 | 1,82 | 1,76 | 1,97 | 0,99 |
| 7 | 2,17 | 2,93 | 2,41 | 2,32 | 2,60 | 1,34 |
| 8 | 2,73 | 3,67 | 3,04 | 2,92 | 3,25 | 1,73 |
| 9 | 3,33 | 4,43 | 3,69 | 3,56 | 3,93 | 2,15 |
| 10 | 3,94 | 5,20 | 4,36 | 4,21 | 4,65 | 2,59 |
| 11 | 4,57 | 5,99 | 5,05 | 4,88 | 5,37 | 3,06 |
| 12 | 5,23 | 6,79 | 5,77 | 5,56 | 6,09 | 3,53 |
| 13 | 5,89 | 7,59 | 6,48 | 6,25 | 6,83 | 4,05 |
| 14 | 6,57 | 8,39 | 7,21 | 6,96 | 7,60 | 4,57 |
| 15 | 7,26 | 9,22 | 7,97 | 7,69 | 8,37 | 5,12 |
| 16 | 7,96 | 10,02 | 8,70 | 8,42 | 9,14 | 5,65 |
| 17 | 8,67 | 10,85 | 9,46 | 9,16 | 9,91 | 6,20 |
| 18 | 9,39 | 11,69 | 10,24 | 9,91 | 10,69 | 6,77 |
| 19 | 10,12 | 12,52 | 10,99 | 10,66 | 11,50 | 7,37 |
| 20 | 10,85 | 13,35 | 11,79 | 11,43 | 12,28 | 7,95 |
| 22 | 12,34 | 15,07 | 13,34 | 12,95 | 13,90 | 9,18 |
| 24 | 13,85 | 16,74 | 14,96 | 14,54 | 15,52 | 10,42 |
| 26 | 15,38 | 18,47 | 16,54 | 16,12 | 17,16 | 11,68 |
| 28 | 16,93 | 20,19 | 18,18 | 17,72 | 18,81 | 13,01 |
| 30 | 18,49 | 21,90 | 19,80 | 19,31 | 20,49 | 14,32 |
| 35 | 22,46 | 26,27 | 23,96 | 23,39 | 24,69 | 17,74 |
| 40 | 26,51 | 30,70 | 28,19 | 27,56 | 28,98 | 21,23 |
| 50 | 34,76 | 39,63 | 36,72 | 36,01 | 37,65 | 28,47 |
| 60 | 43,19 | 48,62 | 45,42 | 44,60 | 46,46 | 35,99 |
| 80 | 60,39 | 66,87 | 63,06 | 62,06 | 64,25 | 51,63 |
| 100 | 77,93 | 85,35 | 81,03 | 79,90 | 82,40 | 67,75 |
| 120 | 95,70 | 104,0 | 99,1 | 97,9 | 100,7 | 79,0 |
| 150 | 122,7 | 132,0 | 126,7 | 125,2 | 128,4 | 103,3 |
| 200 | 168,3 | 179,3 | 173,0 | 171,3 | 175,0 | 152,4 |

Таблица Л.3 — Верхние доверительные границы F-распределения (Фишера) для $P$ = 0,95 ($S$ = 95 %); $\nu_1$ — число степеней свободы числителя; $\nu_2$ — число степеней свободы знаменателя

| $\nu_2$ | $\nu_1$ | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 1 | 161,4 | 199,52 | 215,7 | 224,6 | 230,2 | 234,0 | 236,9 | 238,9 | 240,5 |
| 2 | 18,51 | 19,00 | 19,16 | 19,25 | 19,30 | 19,33 | 19,35 | 19,37 | 19,38 |
| 3 | 10,13 | 9,55 | 9,28 | 9,12 | 9,01 | 8,94 | 8,89 | 8,85 | 8,81 |
| 4 | 7,71 | 6,94 | 6,59 | 6,39 | 6,26 | 6,16 | 6,09 | 6,04 | 6,00 |
| 5 | 6,61 | 5,79 | 5,41 | 5,19 | 5,05 | 4,95 | 4,88 | 4,82 | 4,77 |
| 6 | 5,99 | 5,14 | 4,76 | 4,53 | 4,39 | 4,28 | 4,21 | 4,15 | 4,10 |
| 7 | 5,59 | 4,74 | 4,35 | 4,12 | 3,97 | 3,87 | 3,79 | 3,73 | 3,68 |
| 8 | 5,32 | 4,46 | 4,07 | 3,84 | 3,69 | 3,58 | 3,50 | 3,44 | 3,39 |
| 9 | 5,12 | 4,26 | 3,86 | 3,63 | 3,48 | 3,37 | 3,29 | 3,23 | 3,18 |
| 10 | 4,96 | 4,10 | 3,71 | 3,48 | 3,33 | 3,22 | 3,14 | 3,07 | 3,02 |
| 11 | 4,84 | 3,98 | 3,59 | 3,36 | 3,20 | 3,09 | 3,01 | 2,95 | 2,90 |
| 12 | 4,75 | 3,89 | 3,49 | 3,26 | 3,11 | 3,00 | 2,91 | 2,85 | 2,80 |
| 13 | 4,67 | 3,81 | 3,41 | 3,18 | 3,03 | 2,92 | 2,83 | 2,77 | 2,71 |
| 14 | 4,60 | 3,74 | 3,34 | 3,11 | 2,96 | 2,85 | 2,76 | 2,70 | 2,65 |
| 15 | 4,54 | 3,68 | 3,29 | 3,06 | 2,90 | 2,79 | 2,71 | 2,64 | 2,59 |
| 16 | 4,49 | 3,63 | 3,24 | 3,01 | 2,85 | 2,74 | 2,66 | 2,59 | 2,54 |
| 17 | 4,45 | 3,59 | 3,20 | 2,96 | 2,81 | 2,70 | 2,61 | 2,55 | 2,49 |
| 18 | 4,41 | 3,55 | 3,16 | 2,93 | 2,77 | 2,66 | 2,58 | 2,51 | 2,46 |
| 19 | 4,38 | 3,52 | 3,13 | 2,90 | 2,74 | 2,63 | 2,54 | 2,48 | 2,42 |
| 20 | 4,35 | 3,49 | 3,10 | 2,87 | 2,71 | 2,60 | 2,51 | 2,45 | 2,39 |
| 21 | 4,32 | 3,47 | 3,07 | 2,84 | 2,68 | 2,57 | 2,49 | 2,42 | 2,37 |
| 22 | 4,30 | 3,44 | 3,05 | 2,82 | 2,66 | 2,55 | 2,46 | 2,40 | 2,34 |
| 23 | 4,28 | 3,42 | 3,03 | 2,80 | 2,64 | 2,53 | 2,44 | 2,37 | 2,32 |
| 24 | 4,26 | 3,40 | 3,01 | 2,78 | 2,62 | 2,51 | 2,42 | 2,36 | 2,30 |
| 25 | 4,24 | 3,39 | 2,99 | 2,76 | 2,60 | 2,49 | 2,40 | 2,34 | 2,28 |
| 26 | 4,23 | 3,37 | 2,98 | 2,74 | 2,59 | 2,47 | 2,39 | 2,32 | 2,27 |
| 27 | 4,21 | 3,35 | 2,96 | 2,73 | 2,57 | 2,46 | 2,37 | 2,31 | 2,25 |
| 28 | 4,20 | 3,34 | 2,95 | 2,71 | 2,56 | 2,45 | 2,36 | 2,29 | 2,24 |
| 29 | 4,18 | 3,33 | 2,93 | 2,70 | 2,55 | 2,43 | 2,35 | 2,28 | 2,22 |
| 30 | 4,17 | 3,32 | 2,92 | 2,69 | 2,53 | 2,42 | 2,33 | 2,27 | 2,21 |
| 40 | 4,08 | 3,23 | 2,84 | 2,61 | 2,45 | 2,34 | 2,25 | 2,18 | 2,12 |
| 60 | 4,00 | 3,15 | 2,76 | 2,53 | 2,37 | 2,25 | 2,17 | 2,10 | 2,04 |
| 120 | 3,92 | 2,07 | 2,68 | 2,45 | 2,29 | 2,17 | 2,09 | 2,02 | 1,96 |
| ∞ | 3,84 | 3,00 | 2,60 | 2,37 | 2,21 | 2,10 | 2,0 | 1,94 | 1,88 |

*Окончание таблицы Л.3*

| $\nu_2$ | $\nu_1$ | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 10 | 12 | 15 | 20 | 24 | 30 | 40 | 60 | 120 | ∞ |
| 1 | 241,9 | 243,9 | 245,9 | 248,0 | 249,1 | 250,1 | 251,1 | 252,2 | 253,3 | 254,3 |
| 2 | 19,40 | 19,41 | 19,43 | 19,45 | 19,45 | 19,46 | 19,47 | 19,48 | 19,49 | 19,50 |
| 3 | 8,79 | 8,74 | 8,70 | 8,66 | 8,64 | 8,62 | 8,59 | 8,57 | 8,55 | 8,53 |
| 4 | 5,96 | 5,91 | 5,86 | 5,80 | 5,77 | 5,75 | 5,72 | 5,69 | 5,66 | 5,63 |
| 5 | 4,74 | 4,68 | 4,62 | 4,56 | 4,53 | 4,50 | 4,46 | 4,43 | 4,40 | 4,36 |
| 6 | 4,06 | 4,00 | 3,94 | 3,87 | 3,84 | 3,81 | 3,77 | 3,74 | 3,70 | 3,67 |
| 7 | 3,64 | 3,57 | 3,51 | 3,44 | 3,41 | 3,38 | 3,34 | 3,30 | 3,27 | 3,23 |
| 8 | 3,35 | 3,28 | 3,22 | 3,15 | 3,12 | 3,08 | 3,04 | 3,01 | 2,97 | 2,93 |
| 9 | 3,14 | 3,07 | 3,01 | 2,94 | 2,90 | 2,86 | 2,83 | 2,79 | 2,75 | 2,71 |
| 10 | 2,98 | 2,91 | 2,85 | 2,77 | 2,74 | 2,70 | 2,66 | 2,62 | 2,58 | 2,54 |
| 11 | 2,85 | 2,79 | 2,72 | 2,65 | 2,61 | 2,57 | 2,53 | 2,49 | 2,45 | 2,40 |
| 12 | 2,75 | 2,69 | 2,62 | 2,54 | 2,51 | 2,47 | 2,43 | 2,38 | 2,34 | 2,30 |
| 13 | 2,67 | 2,60 | 2,53 | 2,46 | 2,42 | 2,38 | 2,34 | 2,30 | 2,25 | 2,21 |
| 14 | 2,60 | 2,35 | 2,46 | 2,39 | 2,35 | 2,31 | 2,27 | 2,22 | 2,18 | 2,13 |
| 15 | 2,54 | 2,48 | 2,40 | 2,33 | 2,29 | 2,25 | 2,20 | 2,16 | 2,11 | 2,07 |
| 16 | 2,49 | 2,42 | 2,35 | 2,28 | 2,24 | 2,19 | 2,15 | 2,11 | 2,06 | 2,01 |
| 17 | 2,45 | 2,38 | 2,31 | 2,23 | 2,19 | 2,15 | 2,10 | 2,06 | 2,01 | 1,96 |
| 18 | 2,41 | 2,34 | 2,27 | 2,19 | 2,15 | 2,11 | 2,06 | 2,02 | 1,97 | 1,92 |
| 19 | 2,38 | 2,31 | 2,23 | 2,16 | 2,11 | 2,07 | 2,03 | 1,98 | 1,93 | 1,88 |
| 20 | 2,35 | 2,28 | 2,20 | 2,12 | 2,08 | 2,04 | 1,99 | 1,95 | 1,90 | 1,84 |
| 21 | 2,32 | 2,25 | 2,18 | 2,10 | 2,05 | 2,01 | 1,96 | 1,92 | 1,87 | 1,81 |
| 22 | 2,30 | 2,23 | 2,15 | 2,07 | 2,03 | 1,98 | 1,94 | 1,89 | 1,84 | 1,78 |
| 23 | 2,27 | 2,20 | 2,13 | 2,05 | 2,01 | 1,96 | 1,91 | 1,86 | 1,81 | 1,76 |
| 24 | 2,25 | 2,18 | 2,11 | 2,03 | 1,98 | 1,94 | 1,89 | 1,84 | 1,79 | 1,73 |
| 25 | 2,24 | 2,16 | 2,09 | 2,01 | 1,96 | 1,92 | 1,87 | 1,82 | 1,77 | 1,71 |
| 26 | 2,22 | 2,15 | 2,07 | 1,99 | 1,95 | 1,90 | 1,85 | 1,80 | 1,75 | 1,69 |
| 27 | 2,20 | 2,13 | 2,06 | 1,97 | 1,93 | 1,88 | 1,84 | 1,79 | 1,73 | 1,67 |
| 28 | 2,19 | 2,12 | 2,04 | 1,96 | 1,91 | 1,87 | 1,82 | 1,77 | 1,71 | 1,65 |
| 29 | 2,18 | 2,10 | 2,03 | 1,94 | 1,90 | 1,85 | 1,81 | 1,75 | 1,70 | 1,64 |
| 30 | 2,16 | 2,09 | 2,01 | 1,93 | 1,89 | 1,84 | 1,79 | 1,74 | 1,68 | 1,62 |
| 40 | 2,08 | 2,00 | 1,92 | 1,84 | 1,79 | 1,74 | 1,69 | 1,64 | 1,58 | 1,51 |
| 60 | 1,99 | 1,92 | 1,84 | 1,75 | 1,70 | 1,65 | 1,59 | 1,53 | 1,47 | 1,39 |
| 120 | 1,91 | 1,83 | 1,75 | 1,66 | 1,61 | 1,55 | 1,50 | 1,43 | 1,35 | 1,25 |
| ∞ | 1,83 | 1,75 | 1,67 | 1,57 | 1,52 | 1,46 | 1,39 | 1,32 | 1,22 | 1,00 |

Таблица Л.4 — Критические значения для критерия Кохрена ($\alpha$ = 0,05); $k$ — число степеней свободы в выборке; $l$ — количество выборок

| $l$ | $k$ | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 2 | 0,9985 | 0,9750 | 0,9392 | 0,9057 | 0,8772 | 0,8534 | 0,8332 |
| 3 | 0,9669 | 0,8709 | 0,7977 | 0,7457 | 0,7071 | 0,6771 | 0,6530 |
| 4 | 0,9065 | 0,7679 | 0,5841 | 0,6287 | 0,5895 | 0,5598 | 0,5365 |
| 5 | 0,8412 | 0,6838 | 0,5981 | 0,5441 | 0,5065 | 0,4783 | 0,4564 |
| 6 | 0,7808 | 0,6181 | 0,5321 | 0,4803 | 0,4447 | 0,4184 | 0,3980 |
| 7 | 0,7271 | 0,5612 | 0,4800 | 0,4307 | 0,3974 | 0,3726 | 0,3535 |
| 8 | 0,6798 | 0,5157 | 0,4377 | 0,3910 | 0,3595 | 0,3362 | 0,3185 |
| 9 | 0,6385 | 0,4775 | 0,4027 | 0,3584 | 0,3286 | 0,3067 | 0,2901 |
| 10 | 0,6020 | 0,4450 | 0,3733 | 0,3311 | 0,3029 | 0,2823 | 0,2666 |
| 12 | 0,5410 | 0,3934 | 0,3264 | 0,2880 | 0,2624 | 0,2439 | 0,2299 |
| 15 | 0,4709 | 0,3346 | 0,2758 | 0,2419 | 0,2195 | 0,2034 | 0,1911 |
| 20 | 0,3894 | 0,2705 | 0,2205 | 0,1921 | 0,1735 | 0,1602 | 0,1501 |
| 24 | 0,3434 | 0,2354 | 0,1907 | 0,1656 | 0,1493 | 0,1374 | 0,1286 |
| 30 | 0,2929 | 0,1980 | 0,1593 | 0,1377 | 0,1237 | 0,1137 | 0,1061 |
| 40 | 0,2370 | 0,1576 | 0,1259 | 0,1082 | 0,0968 | 0,0887 | 0,0827 |
| 60 | 0,1737 | 0,1131 | 0,0892 | 0,0765 | 0,0682 | 0,0623 | 0,0583 |
| 120 | 0,0998 | 0,0632 | 0,0495 | 0,0419 | 0,0371 | 0,0337 | 0,0312 |
| ∞ | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

*Окончание таблицы Л.4*

| $l$ | $k$ | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 8 | 9 | 10 | 16 | 36 | 144 | ∞ |
| 2 | 0,8159 | 0,8010 | 0,7880 | 0,7341 | 0,6602 | 0,5813 | 0,5000 |
| 3 | 0,6333 | 0,6167 | 0,6025 | 0,5466 | 0,4748 | 0,4031 | 0,3333 |
| 4 | 0,5175 | 0,5017 | 0,4884 | 0,4366 | 0,3720 | 0,3093 | 0,2500 |
| 5 | 0,4387 | 0,4241 | 0,4118 | 0,3645 | 0,3066 | 0,2513 | 0,200 |
| 6 | 0,3817 | 0,3682 | 0,3568 | 0,3135 | 0,2612 | 0,2129 | 0,1667 |
| 7 | 0,3384 | 0,3259 | 0,3154 | 0,2756 | 0,2278 | 0,1833 | 0,1429 |
| 8 | 0,3043 | 0,2926 | 0,2829 | 0,2462 | 0,2022 | 0,1616 | 0,1250 |
| 9 | 0,2768 | 0,2659 | 0,2569 | 0,2226 | 0,1820 | 0,1446 | 0,1111 |
| 10 | 0,2541 | 0,2439 | 0,2353 | 0,2032 | 0,1655 | 0,1308 | 0,1000 |
| 12 | 0,2187 | 0,2098 | 0,2020 | 0,1737 | 0,1403 | 0,1109 | 0,0836 |
| 15 | 0,1815 | 0,1736 | 0,1671 | 0,1429 | 0,1144 | 0,0889 | 0,0667 |
| 20 | 0,1422 | 0,1357 | 0,1303 | 0,1108 | 0,0879 | 0,0675 | 0,0500 |
| 24 | 0,1216 | 0,1160 | 0,1113 | 0,0942 | 0,0743 | 0,0567 | 0,0417 |
| 30 | 0,1002 | 0,0958 | 0,0921 | 0,0771 | 0,0604 | 0,0457 | 0,0333 |
| 40 | 0,0780 | 0,0745 | 0,0713 | 0,0595 | 0,0462 | 0,0347 | 0,0250 |
| 60 | 0,0552 | 0,0520 | 0,0497 | 0,0411 | 0,0316 | 0,0234 | 0,0167 |
| 120 | 0,092 | 0,0279 | 0,0266 | 0,0218 | 0,0165 | 0,0120 | 0,0083 |
| ∞ | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

**Приложение М**
**(справочное)**

## Доверительные пределы некоторых классов распределений

Для классов экспоненциальных и трапецеидальных распределений, а также распределений Стьюдента при $n > 8$ в качестве конкретных моделей, соответствующих области реально встречающихся распределений погрешностей, применяют распределение Лапласа ($\varepsilon = 6$, $æ = 0{,}4$), нормальное ($\varepsilon = 3$, $æ = 0{,}577$), трапецеидальное с отношением верхнего и нижнего оснований 1:2 ($\varepsilon = 1{,}8$, $æ = 0{,}745$) распределения.

Аппроксимирующая формула имеет вид $G = f(\varepsilon, P_д)$ и в пределах значений $P_д$ от 0,9 до 0,99 с погрешностью, не превышающей 4 %, принимает выражение

$$G = 1{,}62\left[3{,}8(\varepsilon - 1{,}6)^{2/3}\right]^{\lg\lg\left[\frac{1}{(1-P_д)}\right]}, \qquad (М.1)$$

а с погрешностью 8 % оно пригодно для $P_д$ от 0,99 до 0,999.

Для круговершинных двухмодальных распределений, представляющих собой композиции нормального и двузначного дискретного распределений, на участке $\varepsilon$ от 3 до 1,3 ($æ$ от 0,6 до 0,9) для $P_д$ от 0,9 до 0,999 с погрешностью 10 % аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}6\left\{3{,}6\left[1+\lg(\varepsilon-1)\right]\right\}^{\lg\lg\left[\frac{1}{(1-P_д)}\right]}. \qquad (М.2)$$

Для распределений класса шапо, образующихся как композиции экспоненциального распределения с $\alpha = 1/2$ и равномерного распределения в интервале значений $\varepsilon$ от 6 до 1,8 с погрешностью 8 %, аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}56\left[1{,}12+(\varepsilon-1{,}8)^{0{,}58}/\sqrt{10}\right]^{\lg\left[\frac{0{,}1}{(1-P_д)}\right]}. \qquad (М.3)$$

Для островершинных двухмодальных распределений, образующихся как композиция распределения Лапласа и дискретного двузначного распределения, в интервале значений $\varepsilon$ от 6 до 1,8 для $P_д$ от 0,9 до 0,999 с погрешностью 5 % аппроксимирующая формула имеет вид

$$G = 1{,}23\left[1+\sqrt{\frac{\varepsilon-1}{2{,}5}}\lg\frac{0{,}175}{1-P_д}\right]. \qquad (М.4)$$

Таким образом, используя соотношения (М.1)—(М.4), можно с достаточной для практики точностью, не прибегая к использованию таблиц, вычислять доверительные значения погрешностей для всех классов практически встречающихся распределений погрешностей. Однако для выбора нужной формулы необходимо знать вид класса распределения погрешности.

**Приложение Н**
**(справочное)**

## Доверительные пределы для параметра распределения Пуассона

Согласно общей теории интервальных оценок нижний доверительный предел $\lambda_1$ для неизвестного параметра $\lambda$ распределения Пуассона определяют как решение уравнения

$$p(2\lambda_1, 2\xi) = P, \tag{Н.1}$$

где $p$ — интеграл вероятностей $\chi^2$-распределения с $n$ степенями свободы, при этом если $\xi = 0$, то и $\lambda_1 = 0$;

$\xi$ — случайная величина, подчиняющаяся распределению Пуассона с параметром $\lambda$;

$P$ — заданный коэффициент доверия ($0{,}5 \le P < 1$).

Верхний доверительный предел $\lambda_2$ представляет собой решение уравнения

$$p(2\lambda_2, 2\xi + 2) = 1 - P. \tag{Н.2}$$

Пара случайных величин $\lambda_1$ и $\lambda_2$, соответствующих одним и тем же значениям $\xi$ и $P$, определяет для неизвестного параметра $\lambda$ доверительный интервал $(\lambda_1, \lambda_2)$ с коэффициентом доверия $2P - 1$, то есть $\inf\limits_{\lambda>0} P\left\{\lambda_1 < \lambda < \dfrac{\lambda_2}{\lambda}\right\} = 2P-1$.

Как следует из формул (Н.1) и (Н.2), удвоенные доверительные пределы являются процентными точками $\chi^2$-распределения $\lambda_1 = \dfrac{1}{2}x(100P\ \%;2\xi)$ и $\lambda_2 = \dfrac{1}{2}x[100(1-P)\%;2\xi+2]$.

В таблице Н.1 приведены пары чисел $(\lambda_1, \lambda_2)$ для $P = 0{,}95$ (то есть для $2P - 1 = 0{,}90$) и для $\xi$ от 0 до 50.

Таблица Н.1

| $\xi$ | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_1$ | 0 | 0,0513 | 0,355 | 0,818 | 1,37 | 1,97 | 2,61 | 3,29 | 3,98 | 4,70 | 5,43 | 6,17 | 6,92 |
| $\lambda_2$ | 3,00 | 4,74 | 6,30 | 7,75 | 9,15 | 10,51 | 11,84 | 13,15 | 14,43 | 15,71 | 16,96 | 18,21 | 19,44 |

*Продолжение таблицы Н.1*

| $\xi$ | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_1$ | 7,69 | 8,46 | 9,25 | 10,04 | 10,83 | 11,63 | 12,44 | 13,25 | 14,07 | 14,89 | 15,72 | 16,55 | 17,38 |
| $\lambda_2$ | 20,67 | 21,89 | 23,10 | 24,30 | 25,50 | 26,69 | 27,88 | 29,06 | 30,24 | 31,42 | 32,59 | 33,75 | 34,92 |

*Продолжение таблицы Н.1*

| $\xi$ | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 32 | 33 | 34 | 35 | 36 | 37 | 38 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_1$ | 18,22 | 19,06 | 19,90 | 20,75 | 21,59 | 22,44 | 23,30 | 24,15 | 25,01 | 25,87 | 26,73 | 27,59 | 28,46 |
| $\lambda_2$ | 36,08 | 37,23 | 38,39 | 39,54 | 40,69 | 41,84 | 42,98 | 44,12 | 45,27 | 46,40 | 47,54 | 48,68 | 49,81 |

*Окончание таблицы Н.1*

| $\xi$ | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 | 45 | 46 | 47 | 48 | 49 | 50 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $\lambda_1$ | 29,33 | 30,20 | 31,07 | 31,94 | 32,81 | 33,69 | 34,56 | 35,44 | 36,32 | 37,20 | 38,08 | 38,96 |
| $\lambda_2$ | 50,94 | 52,07 | 53,20 | 54,32 | 55,45 | 56,57 | 57,70 | 58,82 | 59,94 | 61,05 | 62,17 | 63,29 |

Если $\xi > 50$, то для вычисления $\lambda_1$ и $\lambda_2$ следует использовать следующие формулы:

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

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

где $\psi(P)$ — квантиль нормального распределения с параметрами (0 и 1).

Значения параметров $\psi(P)$, $r_1$ и $r_2$ при $\xi > 50$ для $P = 0,95$ (то есть для $2P - 1 = 0,90$) приведены в таблице Н.2.

Таблица Н.2

| $\frac{1}{2\sqrt{\xi}}$ | 0,00 | 0,01 | 0,02 | 0,03 | 0,04 | 0,05 | 0,06 | 0,07 | 0,08 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $r_1$ | 0,569 | 0,572 | 0,576 | 0,580 | 0,584 | 0,588 | 0,592 | 0,595 | 0,599 |
| $r_2$ | 1,569 | 1,581 | 1,594 | 1,606 | 1,618 | 1,631 | 1,643 | 1,655 | 1,667 |
| $\psi(P)$ | 1,64485363 | | | | | | | | |

## Приложение П
## (рекомендуемое)

## Пример оценивания погрешности построения градуировочной характеристики

П.1 Полученные экспериментальные данные для построения градуировочной характеристики приведены в таблице П.1.

Таблица П.1

| $X_j$ | $\sigma_{xj}$ | $Y_j$ | $\sigma_{yj}$ |
|---|---|---|---|
| 0,2000 | 0,0010 | 0,196 | 0,006 |
| 0,5000 | 0,0025 | 0,371 | 0,006 |
| 1,0000 | 0,0050 | 0,649 | 0,007 |
| 1,5000 | 0,0075 | 0,934 | 0,005 |
| 2,0000 | 0,0100 | 1,191 | 0,007 |
| 2,5000 | 0,0125 | 1,460 | 0,007 |
| 3,0000 | 0,0150 | 1,709 | 0,008 |
| 3,5000 | 0,0175 | 1,933 | 0,005 |
| 4,0000 | 0,0200 | 2,150 | 0,007 |
| 4,5000 | 0,0225 | 2,362 | 0,008 |
| 5,0000 | 0,0250 | 2,511 | 0,010 |

Здесь и далее все обозначения соответствуют приложению К, то есть

$X_j$ — аттестованные значения образцов для градуировки;

$Y_j$ — средние значения величины аналитического сигнала (см. 6.10 настоящего стандарта);

$\sigma_{xj}$ — оценки некоррелированных СКО аттестованных значений $X_j$;

$\sigma_{yj}$ — оценки СКО значений $Y_j$ (см. 6.11 настоящего стандарта).

П.2 Образцы для градуировки представляют собой растворы с разным содержанием анализируемого компонента, приготовленные из одного исходного материала. Их аттестованные значения вычислялись по формуле

$$X_j = \mu m_j / V_j, \qquad (П.1)$$

где $\mu$ — массовая доля анализируемого компонента в исходном материале, м.д., %;

$m_j$ — масса навески для приготовления $j$-го раствора, г;

$V_j$ — объем растворителя для приготовления $j$-го раствора, см$^3$.

П.3 Из формулы (П.1) следует, что погрешность образцов для градуировки, обусловленная погрешностью определения массовой доли анализируемого компонента в исходном материале, является общей для всех образцов и ее относительное значение $\Delta_\mu/\mu = 0{,}004$ отн. ед. одинаково для всех образцов (см. 6.4.5 настоящего стандарта). Некоррелированные составляющие погрешности образцов для градуировки обусловлены погрешностью измерения объема раствора при его приготовлении $\Delta_V$ (погрешность взвешивания $\Delta m$ пренебрежимо мала) и равны

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

поэтому их относительные СКО приняты равными 0,005 отн. ед.

П.4 Поскольку в области больших значений аналитического сигнала градуировочная характеристика имеет явный «загиб», разработчиком МВИ в качестве функции, описывающей градуировочную характеристику, принята квадратичная парабола

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

Квадратичная модель (П.3) правильно описывает экспериментальные данные, поскольку для нее выполняется критерий [см. формулу (К.10), приложение К]

$$\chi^2_{min} = 1{,}666 < \chi^2_{(n-m);0,05}/(n-m) = \chi^2_{(8);\,0,05}/(11-3) = 15{,}507/8 = 1{,}938,$$

в то время как для линейной модели

$$\chi^2_{min} = 32{,}269 > \chi^2_{(n-m);0,05}/(n-m) = \chi^2_{(9);\,0,05}/(11-2) = 16{,}919/9 = 1/880.$$

П.5 В МВИ предусмотрено вычисление коэффициентов градуировочной характеристики $a_1$, $a_2$, $a_3$ с использованием программных средств путем обработки по методу наименьших квадратов в предположении, что $\sigma_{xj} = 0$, и равноточных измерений аналитического сигнала (все $\sigma^2_{yj}$ равны).

В графе 2 таблицы П.2 приведены результаты вычисления в нескольких точках диапазона величин $Y$ по формуле (П.3) и в графе 3 — ширины доверительного интервала $Ix(X)$ по формуле (К.15) приложения К при наилучших значениях коэффициентов, найденных по процедуре П.5.

Таблица П.2

| $X$ | Без учета погрешностей | | | С учетом погрешностей | | | Разность величин $Y$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $Y$ | $Ix\ (X)$ | $\theta_{гр}$ | $Y$ | $Ix\ (X)$ | $\theta_{гр}$ | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| 0,2000 | 0,185 | 0,036 | 0,036 | 0,190 | 0,023 | 0,023 | 0,005 |
| 0,5000 | 0,367 | 0,029 | 0,029 | 0,370 | 0,018 | 0,018 | 0,003 |
| 1,0000 | 0,660 | 0,023 | 0,025 | 0,659 | 0,016 | 0,016 | -0,001 |
| 1,5000 | 0,940 | 0,023 | 0,028 | 0,937 | 0,019 | 0,020 | -0,003 |
| 2,0000 | 1,206 | 0,026 | 0,034 | 1,202 | 0,022 | 0,023 | -0,004 |
| 2,5000 | 1,460 | 0,029 | 0,040 | 1,456 | 0,025 | 0,027 | -0,004 |
| 3,0000 | 1,701 | 0,030 | 0,044 | 1,697 | 0,025 | 0,028 | -0,004 |
| 3,5000 | 1,928 | 0,030 | 0,048 | 1,926 | 0,027 | 0,030 | -0,002 |
| 4,0000 | 2,143 | 0,031 | 0,053 | 2,143 | 0,033 | 0,037 | 0,000 |
| 4,5000 | 2,344 | 0,042 | 0,064 | 2,349 | 0,049 | 0,052 | 0,005 |
| 5,0000 | 2,532 | 0,066 | 0,085 | 2,542 | 0,074 | 0,077 | 0,010 |

П.6 В графах 5 и 6 таблицы П.2 приведены результаты вычисления величин $Y$ и ширины доверительного интервала $Ix\ (X)$ по формуле (К.15) приложения К при наилучших значениях коэффициентов, найденных по процедуре приложения И методом конфлюентного анализа с учетом погрешностей $\sigma_{xj}$ и $\sigma_{yj}$.

П.7 Из сравнения граф 3 и 6 следует, что предложенная разработчиком МВИ упрощенная процедура градуировки завышает оценку ширины доверительного интервала при малых значениях аналитического сигнала и, напротив, занижает ее при больших значениях аналитического сигнала. Кроме того, упрощение процедуры градуировки приводит и к ее систематическому смещению — в графе 8 приведены значения разностей между двумя градуировочными характеристиками, построенными разными способами.

П.8 В соответствии с 6.4 настоящего стандарта к ширине доверительного интервала необходимо добавить еще общую погрешность образцов для градуировки. Для случая П.6 ее относительное значение $\Delta_\mu/\mu = 0{,}004$ отн. ед. (см. П.3); для случая П.5, кроме того, добавляется величина $\Delta_V/V = 0{,}01$ отн. ед. Результаты расчета погрешности построения градуировочной характеристики по формуле (6.14) настоящего стандарта (без учета временного дрейфа) представлены в графах 4 и 7 таблицы П.2 для двух способов построения градуировочной характеристики. Из сравнения этих граф видно, что упрощение процедуры градуировки приводит к завышению оценки ее погрешности, в особенности при малых значениях аналитического сигнала — более чем в полтора раза.

**Приложение Р**
**(справочное)**

## Методики (методы) измерений с неустойчивой погрешностью

Р.1 У некоторых МВИ при измерении характеристик отдельных объектов наблюдается резкое увеличение случайной и/или систематической погрешности. При этом важно отметить, что такая неустойчивость погрешности обусловлена не промахами, а свойствами самой МВИ. Примеры МВИ с неустойчивой погрешностью рассмотрены в Б.9, Б.10 (приложение Б).

Р.2 Теория оценки погрешности для МВИ с неустойчивой погрешностью в настоящее время отсутствует. Классические статистические методы оценки погрешности в данном случае не подходят. В ГОСТ Р ИСО 5725-1 такие методики не рассматривают.

Р.3 Практически единственным способом оценки погрешности МВИ с неустойчивой погрешностью считают получение максимальной оценки исходя из набора такого большого количества статистических данных, чтобы количество неустойчивых ситуаций было достаточно представительным.

Р.4 Для определения неустойчивых ситуаций можно рекомендовать алгоритм последовательного исключения аномальных результатов из общей совокупности оценок погрешности: для случайной составляющей погрешности — по критерию Кохрена; для систематической составляющей погрешности — по критерию исключения промахов, до тех пор, пока соответствующий критерий не будет выполнен. Результаты, признанные аномальными, представляют неустойчивые ситуации.

Р.5 Значения оценок случайной погрешности (СКО сходимости), относящиеся к неустойчивым ситуациям, обрабатывают в соответствии с 5.7 настоящего стандарта, строя функциональную зависимость оценок от измеряемой величины.

Р.6 Положительные и отрицательные оценки систематической погрешности обрабатывают отдельно друг от друга, также строя функциональные зависимости оценок от измеряемой величины. Полученные границы будут представлять собой границы полной воспроизводимости, обусловленной неустойчивостью.

Р.7 Аттестация МВИ с неустойчивой погрешностью возможна только при полном соблюдении условий проведения измерений. В тексте таких методик должна быть сделана специальная оговорка.

## Библиография


[1] Федеральный закон от 26 июля 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений»

[2] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[3] Метрологические требования к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии (утверждены приказом Государственной корпорации по атомной энергии «Росатом» от 31 октября 2013 г. № 1/10-НПА, зарегистрировано в Минюсте РФ 27 февраля 2014 г., регистрационный № 31442)

[4] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[5] Рекомендация МИ 1317—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров

[6] Рекомендация МИ 2083—90 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей

[7] Рекомендация МИ 2453—2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики радиационного контроля. Общие требования

УДК 389.14:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: метрологические характеристики, методики измерений, аттестация методик измерений в области использования атомной энергии, характеристики погрешности, составляющие погрешности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 23.04.2021. Подписано в печать 18.05.2021. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л 9.77. Уч.-изд. л. 8.82.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru