Отраслевая система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов измерений

ОСТ 95 10289-2005

gost.e-ecolog.ru

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

Отраслевая система обеспечения единства измерений

Внутренний контроль качества результатов измерений

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Федеральным агентством по атомной энергии

3 В настоящем стандарте реализованы нормы Закона Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений» и Закона Российской Федерации «Об использовании атомной энергии»

4 ВЗАМЕН ОСТ 95 10289-98

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Общие положения 3
5 Порядок проведения и правила обработки результатов оперативного контроля 4
6 Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт 15
7 Статистический контроль результатов измерений 25
Приложение А (справочное) Характеристики показателей качества измерений 32
Приложение Б (справочное) Примеры планирования схем проведения оперативного и периодического контроля качества результатов измерений 35
Приложение В (рекомендуемое) Формы регистрации результатов (ведения журналов) внутреннего оперативного и статистического контроля 42
Приложение Г (рекомендуемое) Формы таблиц для построения контрольных карт 45
Библиография 47

СТАНДАРТ ОТРАСЛИ

Отраслевая система обеспечения единства измерений

Внутренний контроль качества результатов измерений

Дата введения 2005-06-01

1 Область применения

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

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

3.2 **Показатели качества измерений** – точность (погрешность), правильность, воспроизводимость, сходимость измерений (ОСТ 95 10351), достоверность контроля.

3.3 **Точность (погрешность) измерений** – показатель качества измерений, отражающий близость результатов измерений к истинным значениям. Чем меньше общая погрешность результатов измерений, тем выше точность (ОСТ 95 10351).

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

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

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

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

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

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

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

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

3.9 **Характеристики систематической составляющей погрешности (показатели правильности):**[*]

- границы интервала ($\theta_{сн}$, $\theta_{св}$; далее - $\theta_с$), в котором систематическая составляющая погрешности измерений находится с заданной вероятностью Р.

3.10 **Характеристики воспроизводимости (показатель воспроизводимости и случайная погрешность в условиях воспроизводимости):**[*]

- СКО воспроизводимости $\sigma_в$- точечная оценка;

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

3.11 **Характеристики сходимости (показатель сходимости и случайная погрешность в условиях сходимости):**[*]

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

[*] Пояснения характеристик погрешности приведены в приложении А.

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

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

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

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

4 Общие положения

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

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

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

4.4 Внутренний контроль предусматривает реализацию следующих форм контроля:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5 Порядок проведения и правила обработки результатов оперативного контроля

5.1 Оперативный контроль показателей качества измерений осуществляют с применением:

- образцов для контроля (ОК). Образцы для контроля, в общем случае, представляют собой стандартные образцы (СО), аттестованные смеси (АС) и/или образцовые меры;

- рабочих проб с известной добавкой определяемого компонента;

- рабочих проб, значение измеряемого параметра в которых изменено в кратное число раз;

- рабочих проб, масса которых изменена в кратное число раз;

- рабочих проб или рабочих образцов (далее – проб);

- средств измерений (СИ), принятых в качестве эталонных;

- МВИ, принятые в качестве образцовых, и т.п.

Примечание – В случае использования для контроля показателей качества измерений эталонных СИ или образцовых МВИ за характеристику, с которой происходит сравнение результата измерений по контролируемой МВИ, принимается результат измерений, полученный по образцовой МВИ или эталонному СИ (среднее арифметическое по результатам измерений).

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

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

- контролируются те показатели качества измерений, которые в основном определяют погрешность МВИ;

- контролируются те показатели качества измерений, которые чувствительны к наиболее вероятному нарушению процесса измерений.

Наиболее часто реализуемые схемы контроля следующие:

- ВОК сходимости и точности (погрешности);

- ВОК сходимости, воспроизводимости и правильности;

- ВОК сходимости и воспроизводимости;

- ВОК воспроизводимости и точности;

- ВОК воспроизводимости и правильности.

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

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

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

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

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

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

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

Таблица 1 – Необходимое число контрольных измерений за месяц

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

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

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

5.10 Алгоритм проведения оперативного контроля сходимости

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

d – норматив оперативного контроля сходимости;

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

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

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

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

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

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

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

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

Таблица 2 – Значения коэффициентов *Q(P,n)* и *M(P,n)* для разных видов контроля

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

5.11 Алгоритм проведения оперативного контроля воспроизводимости

5.11.1 Оперативный контроль воспроизводимости проводят:

- если в МВИ не предусмотрен контроль точности (или правильности) вследствие невозможности создания ОК;
- при необходимости контроля составляющих погрешности, значимо влияющих именно на воспроизводимость измерений (качество работы операторов, качество химических реактивов и т.д.).

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

5.11.3 Различают три вида оперативного контроля воспроизводимости:

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

Пояснения определений воспроизводимости приведены в приложении А.

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

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

Воспроизводимость контрольных измерений признают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

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

5.11.5 Норматив оперативного контроля воспроизводимости рассчитывают по формуле

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

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

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

Q(P,2) = 2,33 при P = 0,90;
Q(P,2) = 2,77 при P = 0,95.

5.11.6 Оперативный контроль «чистой» воспроизводимости проводят путем сравнения двух результатов измерений, полученных в условиях вариации, или суммы всех факторов, или отдельных факторов, влияющих на воспроизводимость измерений, но при этом погрешность в условиях сходимости должна быть незначима, по сравнению с погрешностью в условиях воспроизводимости, то есть каждый результат измерения, проверяемый на воспроизводимость, должен быть получен как среднее по 20 и более параллельным определениям. Условия контроля «чистой» воспроизводимости должны быть специально оговорены в тексте МВИ. В этом случае также могут применяться критерии (5) и (6), но в качестве показателя воспроизводимости используется $\sigma_{чист.в}$ – СКО «чистой» воспроизводимости, характеризующей случайную составляющую погрешности МВИ в условиях вариации именно этого фактора (факторов), когда погрешность в условиях сходимости результатов незначима. Для применения этого вида контроля должны быть известны значения 0, или $0_ф$, или $\sigma_{чист.в}$ (см. приложение А).

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

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

$$|X_1 - X_2| \le k\sqrt{(2 \cdot \theta_\phi^2 + 2(1{,}96 \cdot \sigma_{cx} / \sqrt{n})^2} \quad , \qquad (8)$$

где $k = 0{,}84$ для $\alpha = 0{,}10$ и $k = 1$ для $\alpha = 0{,}05$,

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

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

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

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

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

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

5.12 Требования к проведению оперативного контроля точности (погрешности) результатов измерений

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

проводимых измерений и устанавливается по таблице 1.

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

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

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

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

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

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

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

Аттестованное значение ОК должно быть близко к значению измеряемых параметров в контролируемых объектах. Если диапазон контролируемых параметров достаточно узок (верхняя и нижняя границы рабочего диапазона отличаются не более чем в три раза), то для контроля достаточно одного образца.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5.14 Алгоритм оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок

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

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

Погрешность контрольных измерений принимают удовлетворительной, если выполняется следующий критерий:

$$K_k = \left|\overline{X}_Д - \overline{X} - Д\right| \le K = 0,84 \cdot \sqrt{\Delta_{\overline{X}}^2 + \Delta_{\overline{X}_Д}^2 + \Delta_Д^2} \text{ для } P = 0,90$$
$$(\text{или } K = \sqrt{\Delta_{\overline{X}}^2 + \Delta_{\overline{X}_Д}^2 + \Delta_Д^2} \text{ для } P = 0,95), \quad (13)$$

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

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

Д – значение добавки.

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

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

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

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

Примечание – Изменение значения измеряемого параметра в кратное число раз можно достигнуть разбавлением или концентрированием пробы. При этом значение величины измеряемого параметра не должно выйти за пределы аттестованного диапазона.

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

Результат контрольного измерения признается удовлетворительным, если выполняется следующий критерий:

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

или для метода варьирования навески:

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

$$(или K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}} \; для P = 0{,}95)$$

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

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

R – кратность изменения;

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

5.16 Алгоритм проведения оперативного контроля правильности

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

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

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

6 Контроль стабильности результатов измерений с помощью контрольных карт

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

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

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

Примечание – Контрольная процедура (контрольное измерение) – процедура проведения эксперимента по контролю показателей качества измерений.



Рисунок 1

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

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

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

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

Значения границ предупреждения и действия приведены в таблице 3.

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

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

<table>
<tr><th>Наименование рассчитываемой величины</th><th colspan="2">Расчет значений в единицах результата измерений</th><th colspan="2">Расчет значений в приведенных единицах</th></tr>
<tr><td colspan="5">Контроль погрешности с применением ОК</td></tr>
<tr><td>Результат контрольной процедуры</td><td colspan="2">$K_K = \overline{X} - C$</td><td colspan="2">$K_{Ko} = \dfrac{\overline{X} - C}{K_{пр}}$</td></tr>
<tr><td>Средняя линия</td><td colspan="2">$K_{ср} = 0$</td><td colspan="2">$K_{ср,о} = 0$</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Границы предупреждения</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td></tr>
<tr><td>$K_{пр.в.} = K_{пр} = \Delta$;
$K_{пр.н} = -K_{пр}$</td><td>$K_{пр.в.} = K_{пр} = 0{,}84 \cdot \Delta$;
$K_{пр.н} = -K_{пр}$</td><td>$K_{пр,в,о} = K_{пр,о} = 1$;
$K_{пр.,н,о} = -1$</td><td>$K_{пр,в,о} = K_{пр.о} = 1$;
$K_{пр,н.о} = -1$</td></tr>
<tr><td>Границы действия</td><td>$K_{д.в} = K_д = 1{,}5 \cdot K_{пр}$
$K_{д.н} = -1{,}5 \cdot K_{пр}$</td><td>$K_{д.в} = K_д = 1{,}19 \cdot K_{пр}$;
$K_{д.н} = -1{,}19 \cdot K_{пр}$</td><td>$K_{д,в,о} = K_{д.,о} = 1{,}5$;
$K_{д.,н,о} = -1{,}5$</td><td>$K_{д,в,о} = K_{д.,о} = 1{,}5$;
$K_{д.,н.о} = -1{,}5$</td></tr>
<tr><td colspan="5">Примечания
1 Δ - характеристика погрешности МВИ, соответствующая аттестованному значению ОК.
2 $\overline{X}$ - результат контрольного измерения ОК.
3 C - аттестованное значение ОК (или измеренное с помощью ОК).
4 При расчете результатов контрольных процедур в приведенных единицах используют значения границ предупреждения $K_{пр}$, определяемых по формулам соответствующей графы.</td></tr>
</table>

Продолжение таблицы 3

Наименование рассчитываемой величины	Расчет значений в единицах результата измерений		Расчет значений в приведенных единицах	
Контроль погрешности с применением метода добавок				
Результат контрольной процедуры	$K_к = \bar{X}_Д - \bar{X} - Д$		$K_{ко} = \frac{\bar{X}_Д - \bar{X} - Д}{K_{пр}}$	
Средняя линия	$K_{ср} = 0$		$K_{ср,о} = 0$	
Границы предупреждения	Нормальный контроль	Усиленный контроль	Нормальный контроль	Усиленный контроль
	$K_{пр,в,} = K_{пр} = \frac{}{\sqrt{\Delta^2_{\bar{X}_Д} + \Delta^2_{\bar{X}} + \Delta^2_Д}}$ $K_{пр,н} = -K_{пр}$ (при постоянном значении величины добавки)	$K_{пр.в,} = K_{пр} = 0{,}84 \cdot \frac{}{\sqrt{\Delta^2_{\bar{X}_Д} + \Delta^2_{\bar{X}_Д} + \Delta^2_Д}}$ $K_{пр,н} = -K_{пр}$ (при постоянном значении величины добавки)	$K_{пр,в,о} = K_{пр,о} = 1$; $K_{пр,н.,о} = -1$	$K_{пр,в,о} = K_{пр,о} = 1$; $K_{пр.н.,о} = -1$
Границы действия	$K_{д,в} = K_д = 1{,}5 \cdot K_{пр}$ $K_{д,н} = -1{,}5 \cdot K_{пр}$	$K_{д,в} = K_д = 1{,}19 \cdot K_{пр}$; $K_{д,н} = -1{,}19 \cdot K_{пр}$	$K_{д,в,о} = K_{д.,о} = 1{,}5$; $K_{д.,н,о} = -1{,}5$	$K_{д.в.о} = K_{д.,о} = 1{,}5$; $K_{д.н.о} = -1{,}5$

Примечания

1 $\Delta_{\bar{X}_Д}$ ($\Delta_{\bar{X}}$) - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая расчетному содержанию компонента в пробе с добавкой (реальной пробе соответственно).

2 $Д$ – значение добавки.

3 $\bar{X}$ - результат контрольного измерения пробы без добавки.

4 $\bar{X}_Д$ - результат контрольного измерения пробы с добавкой.

5 $\Delta_Д$ – расчетная характеристика погрешности вводимой добавки $Д$.

Продолжение таблицы 3

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

Примечания

1 $\Delta_{\bar{X}'}$ ($\Delta_{\bar{X}}$) - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая расчетному содержанию компонента в пробе с измененным параметром (реальной пробе соответственно).

2 $\bar{X}$ - результат контрольного измерения рабочей пробы.

3 $\bar{X}'$ - результат контрольного измерения пробы с измененным параметром.

4 R - коэффициент изменения.

Продолжение таблицы 3

<table>
<tr><th>Наименование рассчитываемой величины</th><th colspan="2">Расчет значений в единицах результата измерений</th><th colspan="2">Расчет значений в приведенных единицах</th></tr>
<tr><td colspan="5">Контроль воспроизводимости</td></tr>
<tr><td>Результат контрольной процедуры</td><td colspan="2">$D_k = \left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right|$</td><td colspan="2">$D_{k,o} = \dfrac{\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right|}{\sigma_в}$</td></tr>
<tr><td>Средняя линия</td><td colspan="2">$D_{ср} = a_2 \cdot \sigma_в$; $a_2 = 1{,}128$</td><td colspan="2">$D_{ср,o} = a_2 = 1{,}128$</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Границы предупреждения</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td></tr>
<tr><td>$D_{пр} = A_{1,2} \cdot \sigma_в$; $A_{1,2} = 2{,}77$</td><td>$D_{пр} = A_{1,2} \cdot \sigma_в$; $A_{1,2} = 2{,}33$</td><td>$D_{пр,o} = 2{,}77$</td><td>$D_{пр,o} = 2{,}33$</td></tr>
<tr><td>Границы действия</td><td>$D_д = A_{2,2} \cdot \sigma_в$; $A_{2,2} = 4{,}25$</td><td>$D_д = A_{2,2} \cdot \sigma_в$; $A_{2,2} = 3{,}32$</td><td>$D_{д,o} = 4{,}25$</td><td>$D_{д,o} = 3{,}32$</td></tr>
<tr><td colspan="5">Примечание - $\sigma_в$ – среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, соответствующее значению измеряемого параметра в пробе - $X_{ср}$, где $X_{ср} = \dfrac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}$; $\overline{X}_1 (\overline{X}_2)$ - результат первичного (повторного) контрольного измерения.</td></tr>
<tr><td colspan="5">Контроль сходимости по размаху (для n параллельных определений)</td></tr>
<tr><td>Результат контрольной процедуры</td><td colspan="2">$d_k = X_{max} - X_{min}$</td><td colspan="2">$d_{k.o} = \dfrac{X_{max} - X_{min}}{\sigma_{сх}}$</td></tr>
<tr><td>Средняя линия</td><td colspan="2">$d_{ср} = a_n \cdot \sigma_{сх}$</td><td colspan="2">$d_{ср.o} = a_n$</td></tr>
<tr><td rowspan="2">Границы предупреждения</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td><td>Нормальный контроль</td><td>Усиленный контроль</td></tr>
<tr><td>$d_{пр} = A_{1,n} \cdot \sigma_{сх}$; при $\alpha = 0{,}05$</td><td>$d_{пр} = A_{1,n} \cdot \sigma_{сх}$; при $\alpha = 0{,}10$</td><td>$d_{пр,o} = A_{1,n}$ при $\alpha = 0{,}05$</td><td>$d_{пр.o} = A_{1,n}$ при $\alpha = 0{,}10$</td></tr>
<tr><td>Границы действия</td><td>$d_д = A_{2,n} \cdot \sigma_{сх}$ при $\alpha = 0{,}003$</td><td>$d_д = A_{2,n} \cdot \sigma_{сх}$ при $\alpha = 0{.}02$</td><td>$d_{д,o} = A_{2,n}$ при $\alpha = 0{,}003$</td><td>$d_{д,o} = A_{2,n}$ при $\alpha = 0{.}02$</td></tr>
</table>

Окончание таблицы 3

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

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

Таблица 4

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

6.6 Порядок построения контрольных карт следующий:

- рассчитывают значения средней линии, границ предупреждения и действия (в зависимости от выбранного алгоритма проведения контрольных процедур и в соответствии с таблицей 3);
- откладывают на контрольной карте значения средней линии, границ предупреждения и действия;
- рассчитывают результаты контрольных процедур (в соответствии с таблицей 3) и наносят их на контрольную карту.

Примечания

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

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

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

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

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

6.7 Признаки нестабильности процесса измерений по МВИ можно разделить на две группы: предупреждающие и признаки действия. При появлении признака действия измерения немедленно останавливаются, выясняется и немедленно

устраняется его причина. Появление предупреждающих признаков – это сигнал о возможном неблагополучии, измерения при этом продолжаются, возможные причины анализируются.

6.8 Различают три основных признака нестабильности процесса: выброс, смещение и дрейф. Согласно правилам Вестгарда, применительно именно к процессу измерений, признаки действия следующие:

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

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

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

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

Предупреждающие признаки следующие:

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

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

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

Примечание – За зону действия принимается расстояние от средней линии до верхней или нижней границы действия - для двусторонних контрольных карт (погрешности), от 0 до границы действия - для односторонних контрольных карт (сходимости, воспроизводимости). Соответственно, за зону предупреждения принимается расстояние от средней линии до верхней или нижней границы предупреждения - для двусторонних контрольных карт, от 0 до границы предупреждения - для односторонних контрольных карт.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Процесс измерений признается стабильным, если выполняется критерий:

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

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

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

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

Таблица 5

f	$M(0,90,f)$ (усиленный контроль)	$M(0,95,f)$ (нормальный контроль)	$M(0,10,f)$	$M(0,05,f)$	f	$M(0,90,f)$ (усиленный контроль)	$M(0,95,f)$ (нормальный контроль)	$M(0,10,f)$	$M(0,05,f)$
2	1,52	1,73	0,32	0,23	16	1,21	1,28	0,76	0,71
3	1,44	1,61	0,44	0,34	17	1,21	1,27	0,77	0,71
4	1,40	1,54	0,52	0,42	18	1,20	1,27	0,78	0,72
5	1,36	1,49	0,57	0,48	19	1,20	1,26	0,78	0,73
6	1,33	1,45	0,61	0,52	20	1,19	1,25	0,79	0,74
7	1,31	1,42	0,64	0,56	21	1,19	1,25	0,79	0,74
8	1,29	1.39	0,66	0,58	30	1,16	1,21	0,82	0,79
9	1,28	1,37	0,68	0,61	40	1,14	1,18	0,85	0.81
10	1,26	1,35	0,70	0,63	50	1,12	1,16	0,87	0,83
11	1,25	1,34	0,71	0,64	60	1,11	1,15	0,88	0,85
12	1,24	1,32	0,72	0,66	70	1,11	1,14	0,89	0,86
13	1,23	1,31	0,74	0,67	80	1,10	1,13	0,90	0,87
14	1,23	1,30	0,75	0,69	90	1,10	1,12	0,90	0,88
15	1,22	1,29	0,75	0,70	100	1,10	1,12	0,91	0,88

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

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

7 Статистический контроль показателей качества измерений

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

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

7.3 Статистический контроль осуществляется на основе информации, получаемой в процессе проведения контрольных измерений при оперативном контроле, выполненных в течение контролируемого периода. При необходимости,

для формирования выборки контрольных проверок, необходимой для проведения статистического контроля, планируют проведение дополнительных контрольных измерений. Число анализируемых результатов контрольных измерений L – от 21 до бесконечности.

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

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

7.5 ВСК сходимости

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

7.5.2 Характеристика сходимости МВИ соответствует приписанному значению, если выполнены неравенства

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

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

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

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

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

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

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

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

Примечание – Для переаттестации МВИ необходим анализ всех показателей качества измерений в совокупности.

7.6 ВСК воспроизводимости и правильности с помощью ОК

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

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

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

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

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

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

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

Качество выполнения измерений признают удовлетворительным, если выполняются следующие условия:

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

где K_B - норматив статистического контроля воспроизводимости;

$K_П$ - норматив статистического контроля правильности.

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

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

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

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

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

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

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

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

Примечание – При отсутствии приписанных показателей воспроизводимости $\sigma_в$ рассчитывают по формуле $\sigma_в = \dfrac{\sqrt{\varepsilon_{cx}^2 + \theta^2 - \theta_c^2}}{1{,}96}$.

Таблица 6 - Значение квантилей t-распределения Стьюдента при доверительной вероятности P = 0,95

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

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

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

приложении В.

7.7 ВСК воспроизводимости и правильности с использованием метода добавок

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

В этом случае ВСК проводят для приведенных величин:

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

где b_i - оценка пропорциональной систематической составляющей погрешности МВИ;

$i = 1,\ldots,L$.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Алгоритмы контроля соответствуют алгоритмам, приведенным в 7.6.

7.7.5 В случае невыполнения критерия (27) есть основания для коррекции показателя воспроизводимости МВИ и показателя правильности МВИ и возможной переаттестации МВИ в установленном порядке.

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

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

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

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

$$a_i = \left| R \cdot \bar{X}_i' - \bar{X}_i \right|, \qquad (28)$$

где a_i - оценка постоянной систематической составляющей погрешности МВИ;

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

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

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

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

значением контролируемого параметра.

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

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

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

где $\theta_c(\Delta)$ – показатель правильности МВИ, установленный при ее аттестации методом кратного изменения значения измеряемого параметра (в абсолютной форме).

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

$$W \le \varepsilon_a, \tag{31}$$

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

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

Алгоритмы контроля соответствуют алгоритмам, приведенным в 7.6.

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

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

Приложение А
(справочное)

Характеристики показателей качества измерений

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

А.1 Модель погрешности МВИ можно представить в виде

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

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

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

f_c - неисключенный остаток систематической составляющей погрешности;

* - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

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

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

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

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

или

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

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

Характеристику θ можно представить в виде

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

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

* - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины;
N - число влияющих факторов.

Примечание – Наиболее часто используется формула

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

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

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

$$\sigma_в = \frac{\varepsilon_в}{1{,}96} = \frac{\sqrt{\varepsilon_{сх}^2 + \theta^2}}{1{,}96}. \tag{А.7}$$

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

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

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

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

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

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

$$\Delta = \varepsilon_{сх} * \theta_{ф1} * \theta_{ф2} * \ldots * \theta_{фN} * \theta_c. \tag{А.9}$$

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

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

$$\varepsilon_{эч} = \varepsilon_{сх} * \theta_{ф1} * \theta_{ф2} * \ldots * \theta_{фм}, \tag{А.10}$$

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

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

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

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

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

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

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

Приложение Б
(справочное)

Примеры планирования схем проведения оперативного и периодического контроля качества результатов измерений

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

Б.1.1 Краткая суть методики

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

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

Б.1.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов испытаний

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

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

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

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

$$\theta = \pm(\theta_P * \theta_L * \theta_F)\,, \qquad (Б.2)$$

где * - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

Б.1.2.5 Погрешность (суммарная) результатов испытаний, получаемых по рассматриваемой методике, вычислялась как

$$\Delta = \sigma_{cx} * \theta . \qquad (Б.3)$$

Таким образом, в терминах ОСТ 95 10351 (приложение В) и настоящего стандарта суммарная погрешность обусловлена факторами сходимости и факторами воспроизводимости. Неисключенный остаток систематической составляющей погрешности в данном случае отсутствует (приложение В ОСТ 95 10351).

Б.1.3 Организация внутрилабораторного контроля качества испытаний

Б.1.3.1 Оперативный контроль сходимости σ_{cx} проводится в соответствии с 5.10 при каждом испытании серии образцов, изготовленных из изделий одной партии, поскольку при аттестации методики установлено, что образцы, изготовленные из изделий одной партии, являются однородными.

Б.1.3.2 В принципе для рассматриваемой методики можно организовать оперативный контроль воспроизводимости, проводя испытания двух однородных образцов на разных разрывных машинах, используя разные средства измерений размеров, разные программы обработки диаграммы растяжения и т.д. Критерием контроля воспроизводимости в этом случае будет являться условие (8) при n =1. Однако, такой контроль неэффективен, поскольку величина критерия зависит от σ_{cx}, которая в данном случае сравнима и даже превышает величину θ.

В то же время, можно предполагать, что влияние факторов, указанных в Б.1.2.3, в течение длительного времени остается неизменным, поэтому организация часто проводимого оперативного контроля нецелесообразна. Эффективнее использовать изложенные ниже другие схемы контроля качества испытаний.

Б.1.3.3 Контроль составляющих погрешности θ_P и θ_L может обеспечиваться путем проведения поверки (калибровки) средств измерений, проводимой с периодичностью, указанной в документации на эти средства измерений, т.е. в данном случае будет реализовываться периодический контроль отдельных факторов, влияющих на воспроизводимость результатов испытаний.

Б.1.3.4 Для обеспечения большей надежности результатов испытаний (например, предотвращения случаев использования средств измерений, внезапно вышедших из строя в течение межповерочного интервала) целесообразно ввести и оперативный контроль составляющей погрешности θ_P. Такой контроль будет проводиться ежедневно или перед проведением серии испытаний по упрощенной процедуре. Процедура контроля в основном будет соответствовать процедурам, проводимым при проведении поверки, но будет упрощена, например, достаточно только однократной проверки погрешности задаваемой разрывной машиной нагрузки по образцовому динамометру в точке, близкой к нагрузке $P_{0,2}$, или проверки погрешности микрометра по концевой мере длины в точке, близкой к диаметру образца для испытаний.

Б.1.3.5 Контроль составляющей погрешности θ_F «в чистом виде» организовать невозможно, т.к. невозможно исключить влияние на результаты испытаний составляющих погрешности θ_P и θ_L, а влияние составляющей погрешности σ_x можно только уменьшить путем увеличения числа испытываемых образцов (аналог параллельных определений). Поэтому можно организовать контроль составляющей погрешности θ (Б.2), уменьшив влияние σ_{cx}. При N парах испытываемых образцов критерием контроля воспроизводимости будет условие

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| < \sqrt{2\theta^2 + 2(1{,}96 \cdot \sigma_{cx})^2 / N}\ , \qquad (Б.4)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ - средние значения по N результатам испытаний, полученных на первой и второй разрывных машинах соответственно.

Очевидно, что для повышения эффективности критерия контроля воспроизводимости (меньшей зависимости величины критерия от ε_{cx}) необходимо увеличивать число параллельных определений (в данном случае – пар испытываемых образцов) при получении результатов $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$. Но частое проведение такого контроля будет нецелесообразно как с технической (см. Б.1.3.2), так и с экономической точки зрения. Поэтому такой контроль целесообразно сделать периодическим, проводимым, например, ежегодно, а также при вводе в эксплуатацию новых разрывных машин, нового программного обеспечения для обработки диаграмм растяжения и т.д.

Примечание – На практике такой вид контроля качества результатов испытаний часто называют «сравнительными» испытаниями.

Б.1.3.6 Возможна следующая модификация «сравнительных» испытаний. Партия однородных образцов для испытаний готовится заранее и «аттестуется» путем испытаний части образцов в условиях воспроизводимости. Оставшиеся образцы партии («контрольные образцы») могут быть использованы даже для оперативного контроля воспроизводимости.

Б.1.4 Выводы

Б.1.4.1 Таким образом, для рассматриваемой методики рекомендуется следующая схема оперативного и периодического контроля качества испытаний

$$\Delta = \sigma_{cx} * \theta_P * \theta_L * \theta_F,$$

Оперативный контроль — σ_{cx}, θ_P, θ_L

Периодический контроль — θ_F (Б.5)

Б.1.4.2 Возможна (но не предотвращает случаи использования средств измерений, внезапно вышедших из строя в течение межповерочного интервала) схема с проведением периодического контроля составляющих погрешности θ_L и θ_F (Б.1.3.3)

$$\Delta = \sigma_{cx} * \theta_P * \theta_L * \theta_F,$$

Оперативный контроль — σ_{cx}

Периодический контроль — θ_P, θ_L, θ_F (Б.6)

Б.1.4.3 Не рекомендуется вследствие неэффективности схема с оперативным контролем полной воспроизводимости (Б.1.3.2)

$$\Delta = \sigma_{cx} * \theta_P * \theta_L * \theta_F,$$

Оперативный контроль — σ_{cx}

Периодический контроль — θ_P, θ_L, θ_F (Б.7)

Б.2 Методика выполнения измерений среднего размера зерна в топливных таблетках

Б.2.1 Краткая суть методики

Установка для измерений включает микроскоп, видеокамеру и устройство ввода изображений в компьютер и программное обеспечение для обработки изображений. Подготовленный (путем шлифовки и травления по специальной методике) металлографический шлиф таблетки кладется на микроскоп. Оператор, в соответствии со схемой контроля выбирает участок шлифа, настраивает микроскоп, регулируя яркость освещения и резкость изображения. Затем изображение с помощью видеокамеры и устройства ввода записывают в память компьютера и обрабатывают по специальной программе. Программу условно можно разделить на две части – Первая часть выделяет зерна, на ее выходе получается бинарное изображение «сетки» границ зерен однопиксельной толщины. Вторая часть вычисляет площадь каждого зерна S, эффективный диаметр D по формуле

$$D = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}} \qquad (Б.8)$$

и затем вычисляет средний размер зерна как среднее арифметическое значение эффективного диаметра всех зерен, полностью попавших в поле зрения. Сначала средний размер зерна вычисляется в пикселях, а затем программа умножает его на масштабный коэффициент $К_м$, равный длине стороны пикселя в мкм и получает результат измерения в мкм.

Б.2.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов измерений

Б.2.2.1 Субъективизм, квалификация и тщательность выполнения процедур настройки микроскопа оператором, влияние нестабильности освещенности поля зрения (например, из-за колебаний напряжения сети), дискретизация цифрового изображения и другие факторы приводят к случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний, и описываемой величиной $\sigma_{сх}$.

Примечание – Для упрощения рассмотрения считается, что метрологические характеристики методики определены на поле зрения фиксированных размеров, определяющихся разрешением видеокамеры и увеличением микроскопа. Если бы метрологические характеристики были определены на всем шлифе, то в рассмотрение пришлось бы включать также погрешности, обусловленные неоднородностью размера зерна по шлифу и субъективизмом оператора при выборе характерного поля зрения.

Б.2.2.2 Различный характер освещенности поля зрения на микроскопах разных типов, различное разрешение и чувствительность видеокамер, различные характеристики аналого-цифрового преобразователя устройств ввода и т.д. приводят к составляющей погрешности θ_m, обусловленной факторами воспроизводимости (аналогично Б.1.2.2, Б.1.2.3).

Б.2.2.3 Наличие на шлифе «неидеальностей», как вследствие особенностей материала топливных таблеток – пор, рельефа, меток травления, так и вследствие отклонений (пусть и в допустимых пределах) от нормированных условий подготовки шлифа - углублений от абразивных частиц, внесенных посторонних примесей, царапин и т.д., приводит к тому, что обрабатывающая программа неправильно строит «сетку» границ зерен, т.е. к систематической составляющей погрешности измерений Δ_a.

Б.2.2.4 Возможно наличие систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_б$, обусловленной некорректностью алгоритма обработки бинарной сетки границ зерен. Эта составляющая погрешности должна быть выявлена при аттестации методики путем моделирования и последующей обработки «искусственных» изображений сетки границ и должна быть исключена или в процессе доработки методики (желательно) или путем введения поправок в результаты измерений. Поэтому для упрощения эта составляющая далее не рассматривается.

Б.2.2.5 Погрешность определения масштабного коэффициента $К_м$, приводит к систематической составляющей погрешности измерений $\Delta_м$. Эта составляющая исключается процедурами установки масштаба, при этом остается значимый неисключенный остаток $\theta_м$.

Б.2.2.6 Составляющую погрешности $\Delta_а$ исключить без доработки (переработки) программного обеспечения нельзя. Поэтому она войдет в погрешность методики. При этом вследствие многообразия «неидеальностей» шлифа (Б.2.2.3) $\Delta_а$ определялась на большой выборке изображений с различными размерами зерен, различной пористости, с разными дефектами. На выбранных изображениях эксперты-металловеды (специалисты ведущей технологической лаборатории) строили «сетку» границ зерен, а затем изображения обрабатывались программным обеспечением аттестуемой методики. Разность результатов, полученных по методике и экспертами, и являлась оценкой составляющей погрешности $\Delta_а$.

Б.2.2.7 Поскольку составляющая погрешности $\Delta_а$ оценивалась для одной конкретной установки (микроскоп, устройство ввода и видеокамера), составляющая погрешности θ_m (Б.2.2.2) включена в нее и модель погрешности методики будет выглядеть следующим образом

$$\Delta = \sigma_{сх} * \theta_м * \Delta_а . \qquad (Б.9)$$

Б.2.3 Организация внутрилабораторного контроля качества измерений

Б.2.3.1 Хотя в рассматриваемой методике не предусмотрено выполнение параллельных определений, рекомендуется проводить оперативный контроль сходимости $\sigma_{сх}$. Суть оперативного контроля следующая: $n \geq 2$ операторов независимо друг от друга, заново настраивают микроскоп и проводят измерения на одном и том же шлифе, не сдвигая его. Обработка результатов – в соответствии с 5.10. Периодичность оперативного контроля назначает разработчик методики, исходя из объема выполняемых измерений, и оценивает эксперт-метролог при аттестации.

Б.2.3.2 Периодичность контроля составляющей погрешности $\theta_м$ зависит от того, какие факторы могут повлиять на изменение масштабного коэффициента $К_м$. На некоторых установках (с нежестким креплением видеокамеры) масштабный коэффициент может значительно измениться при изменении положения видеокамеры. В этом случае необходимо ежесменно проводить оперативный контроль составляющей погрешности $\theta_м$ и во время работы не допускать смещения видеокамеры. Если такого влияния нет, достаточно ежегодно проводить периодический (например, ежегодный) контроль.

Б.2.3.3 Составляющую погрешности $\Delta_а$ фактически нельзя проконтролировать даже периодически, т.к. ее контроль по существу означает переаттестацию методики. Эксперт-метролог, аттестующий методику, вправе ограничить срок действия свидетельства.

Б.2.4 Выводы

Б.2.4.1 Для рассматриваемой методики рекомендуется схема оперативного и периодического контроля качества измерений, показанная формулой (Б.9).

Б.3 Методика выполнения измерений «Кальций металлический. Методика фотометрического определения содержания примеси железа»

Б.3.1 Метод измерений

Б.3.1.1 Метод измерений – фотометрический. Метод основан на поглощении света сложными ионами анализируемого вещества в видимой области спектра.

Б.3.1.2. Навеску кальция металлического растворяют в соляной кислоте, ион железа (III) восстанавливают до иона железа (II) солянокислым гидроксиламином и связывают в комплексное соединение О-фенантролином. Интенсивность окраски раствора, пропорциональную содержанию железа, измеряют на фотоколориметре.

Б.3.2 Факторы, влияющие на погрешность результатов измерений

Б.3.2.1 Локальные неоднородности материала проб, случайные погрешности средств измерений (фотоколориметра, весов), случайные погрешности операторов и т.п., приводят к случайной составляющей погрешности, характеризующей сходимость результатов испытаний. Эта составляющая погрешности описывается наибольшим возможным значением среднего квадратического отклонения $\sigma_{сх}$.

Б.3.2.2 Систематические погрешности средств измерений, образцов для градуировки, использования одного и того же градировочного графика, приводят к погрешности, которая по отношению к измерениям, проводимым в условиях сходимости (один фотоколориметр, одни весы), имеют систематический характер, а по отношению к измерениям, проводимым в условиях воспроизводимости – случайный характер.

Составляющими неисключенной систематической погрешности, для измерения, выполняемого в условиях сходимости, являются следующие:

- погрешность пробоподготовки ($\theta_н$), включая и систематическую погрешность от весов;
- погрешность образцов для градуировки ($\theta_{ог}$);
- погрешность построения градуировочного графика ($\theta_{гр}$);
- погрешность фотоколориметра ($\theta_{изм}$).

Б.3.2.3 Составляющие погрешности ($\theta_н$, $\theta_{ог}$, $\theta_{гр}$, $\theta_{изм}$) формируют неисключенную систематическую составляющую погрешности методики θ, доверительные границы которой для вероятности P = 0,95 при аттестации вычислялись как

$$\theta = \pm(\theta_н * \theta_{ог} * \theta_{гр} * \theta_{изм.}) \ , \qquad (Б.10)$$

где * - символ суммирования погрешностей, рассматриваемых как случайные величины.

Б.3.2.4 Возможно наличие систематической погрешности, вызванной неучтенными факторами (например, мешающей примесью в пробах материала), значимость которой оценивалась путем постановки специального эксперимента. Результат ее оценки – показатель правильности методики $\theta_с$, величина которого незначима по сравнению с θ.

Б.3.2.5 Погрешность (суммарная) результатов измерений, получаемых по рассматриваемой методике, вычислялась как

$$\Delta = \sigma_{сх} * \theta \qquad (Б.11)$$

Таким образом, в терминах ОСТ 95 10351 (приложение В) и настоящего стандарта суммарная погрешность обусловлена факторами сходимости и факторами воспроизводимости.

Б.3.3 Организация внутрилабораторного контроля качества измерений

Б.3.3.1 Оперативный контроль сходимости σ_{cx} проводится в соответствии с 5.10 при каждом измерении пробы.

Б.3.3.2 Оперативный контроль точности (погрешности) Δ проводится в соответствии с 5.12. Периодичность его определяется общим числом измерений по МВИ.

Б.3.3.3 Оперативный контроль полной воспроизводимости МВИ затруднен, для этого пришлось бы варьировать факторы (Б.10), и, кроме того, фактически осуществляется косвенным образом, при контроле точности в условиях сходимости.

Б.3.3.4 Оперативный контроль «частичной» воспроизводимости возможен, если есть необходимость в проверке значимости влияния одного из факторов, формирующих погрешность МВИ, но для этого необходимо установление показателя «частичной» воспроизводимости. Например, если есть необходимость проверки качества работы лаборанта, то оценивают показатель «частичной» воспроизводимости в виде СКО группы результатов измерений, выполненных различными лаборантами, после чего пользуются формулами раздела 5.11.

Б.3.4 Выводы

Б.3.4.1 Для рассматриваемой методики рекомендуется схема оперативного и периодического контроля качества измерений в виде сплошного контроля сходимости и периодического контроля точности.

Приложение В
(рекомендуемое)
Формы регистрации результатов (ведения журналов) внутреннего оперативного и статистического контроля

Таблица В.1 - Оперативный контроль сходимости

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результат первого измерения, X_1, (ед. величин)	Результат второго измерения, X_2, (ед. величин)	$d_K = \lvert X_1 - X_2 \rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля сходимости, $d = Q(P,n)\cdot\sigma_{сх}(X)$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива

Таблица В.2 – Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием образцов для контроля

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Аттестованное значение в ОК, C (ед. величин)	Результат измерений (средний по числу параллельных, указанному в МВИ), $\overline{X}$, (ед. величин)	$\lvert \overline{X} - C \rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля, $K = \Delta$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива
Примечание - Δ - значение абсолютной погрешности методики, соответствующее величине C.						

Таблица В.3 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результат измерений пробы (средний по числу параллельных, указанному в МВИ), $\overline{X}$, (ед. величин)	Результат измерений пробы с добавкой $\overline{X}_Д$, (ед. величин)	Значение величины добавки, $Д$, (ед. величин)	$\lvert \overline{X}_Д - \overline{X} - Д \rvert$ (ед. величин)	Норматив контроля, $K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + \Delta^2_{\overline{X}_Д} + \Delta^2_Д}$ (ед. величин)	Заключение о выполнени норматива

Таблица В.4 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода кратного изменения измеряемого параметра

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений пробы, $\overline{X}$, (ед. величин)	Средний результат измерений пробы с измененным параметром $\overline{X}'$, (ед. величин)	Кратность изменения R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	$\lvert\overline{X} - R \cdot \overline{X}'\rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля $K = \sqrt{\Delta^2_{\overline{X}} + R^2 \cdot \Delta^2_{\overline{X}'}}$ (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива

Таблица В.5 - Оперативный контроль погрешности МВИ с использованием метода разбавления в сочетании с методом добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений пробы, $\overline{X}$, (ед. величин)	Средний результат измерений разбавленной пробы $\overline{X}'$, (ед. величин)	Кратность разбавления R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	Значение величины добавки, $Д$, (ед. величин)	Средний результат измерений разбавленной пробы с добавкой $\overline{X}''$ (ед. величин)	$\lvert\overline{X}'' + (R-1)\cdot\overline{X}' - \overline{X} - Д\rvert$ (ед. величин)	Норматив контроля $K =$ $\sqrt{\Delta^2_{\overline{X}''} + (R-1)^2 \Delta^2_{\overline{X}'} + \Delta^2_{\overline{X}}}$ (ед. величин)	Заключение

Таблица В.6 - Оперативный контроль воспроизводимости МВИ

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Средний результат измерений, (ед. величин)						$D_K = \lvert\overline{X}_1 - \overline{X}_2\rvert$, (ед. величин)	Норматив контроля $D = Q(P,2)\cdot\sigma_{\Delta}$, (ед. величин)	Заключение о выполнении норматива
		дата	первичных, $\overline{X}_1$	исполнитель	дата	повторных, $\overline{X}_2$	исполнитель			

Таблица В.7 - Статистический контроль измерений по количественному признаку с использованием образцов для контроля

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений, $\bar{X}_i$, (ед. величин) L штук	Среднее значение $\bar{\bar{X}} = \frac{1}{L}\cdot\sum_{i=1}^{L}\bar{X}_i$ (ед. величин)	Аттестованное значение в ОК, (ед. величин)	Среднее квадратическое отклонение результатов измерений, $S_{\bar{X}_i} = \sqrt{\frac{1}{L-1}\cdot\sum\left(\bar{X}_i - \bar{\bar{X}}\right)^2}$ (ед. величин)	Норматив статистического контроля воспроизводимости $K_в$, (ед. величин)	Отклонение среднего результата измерений от аттестованного значения, $W = \left\|\bar{\bar{X}} - C\right\|$	Норматив контроля правильности, $K_п$	Заключение о выполнении норматива

Таблица В.8 - Статистический контроль правильности измерений по количественному признаку с использованием метода добавок

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений в пробе, $\bar{X}_i$, (ед. величин), L штук	Результат измерений в пробе с добавкой $\bar{X}_{Д_i}$, (ед. величин), L штук	Значение добавки, $Д_i$, (ед. величин), L штук	Значение $b_i = \frac{\bar{X}_{Д_i} - \bar{X}_i}{Д_i} - 1$ L штук	Значение $\bar{b} = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} b_i$	Значение $W = \left\|\bar{b} - \theta_c(\delta)\right\|$	Норматив контроля правильности, ε_b	Заключение о выполнении норматива

Таблица В.9 - Статистический контроль правильности измерений по количественному признаку с использованием метода кратного изменения измеряемого параметра

Наименование объекта контроля; шифр МВИ	Измеряемый параметр (характеристика)	Результаты измерений пробы, $\bar{X}_i$, (ед. величин), L штук	Результаты измерений пробы с измененным параметром $\bar{X}'_i$, (ед. величин), L штук	Кратность изменения R (рекомендуемые значения R - от 1,5 до 3)	Значение $a_i = \left\|R\cdot\bar{X}'_i - \bar{X}_i\right\|$ L штук	Значение $\bar{a} = \frac{1}{L}\sum_{i=1}^{L} a_i$	Значение $W = \left\|\bar{a} - \theta_c(\Delta)\right\|$	Норматив контроля правильности, ε_a	Заключение о выполнении норматива

Зам.изм.1

Приложение Г
(рекомендуемое)

Формы таблиц для построения контрольных карт

Таблица Г.1 - Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности сходимости результатов параллельных определений

Объект _____
Анализируемый компонент _____
Методика анализа _____
Единица измерения _____
Период заполнения контрольной карты _____
Граница предупреждения $d_{пр}$ _____
Граница действия $d_д$ _____
Средняя линия $d_{ср}$ _____

Номер контрольной процедуры	Результаты параллельных определений			Результат контрольной процедуры, d_k	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*
	результат 1-го определения, X_1	...	результат n-го определения, X_n		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Таблица Г.2 - Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности внутрилабораторной воспроизводимости или частичной воспроизводимости

Объект _____
Анализируемый компонент _____
Методика анализа _____
Единица измерения _____
Период заполнения контрольной карты _____
Граница предупреждения $D_{пр}$ _____
Граница действия $D_д$ _____
Средняя линия $D_{ср}$ _____

Номер контрольной процедуры	Результаты контрольных измерений одной пробы		Результат контрольной процедуры, D_k	Выводы о признаке нестабильности: предупреждающий или контрольный*
	первичного, X_1	повторного, X_2		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Таблица Г.3 – Данные для построения контрольной карты для контроля погрешности результатов анализа с использованием образцов для контроля

Объект _____
Анализируемый компонент _____
Методика измерений _____
Единица измерения _____
Период заполнения контрольной карты _____
Границы предупреждения $K_{пр.н}$, $K_{пр.в}$ _____
Границы действия $K_{д.н}$, $K_{д.в}$ _____
Средняя линия $K_{ср}$ _____
Аттестованное значение образца для контроля C _____

Номер контрольной процедуры	Результат контрольного измерения, $\overline{X}$	Результат контрольной процедуры, $K_к$	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Таблица Г.4 – Данные для построения контрольной карты для контроля стабильности погрешности результатов анализа с использованием метода добавок

Объект _____
Анализируемый компонент _____
Методика анализа _____
Единица измерения _____
Период заполнения контрольной карты _____
Границы предупреждения $K_{пр.н}$, $K_{пр.в}$ _____
Границы действия $K_{д.н}$, $K_{д.в}$ _____
Средняя линия $K_{ср}$ _____
Величина добавки C _____

Номер контрольной процедуры	Результаты контрольных измерений		Результат контрольной процедуры, $K_к$	Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры границе действия или предупреждения*
	пробы с добавкой, $\overline{X}'$	рабочей пробы, $\overline{X}$		

* Указывают в виде:
- «предупреждение» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам предупреждения;
- «действие» - в случае соответствия результата контрольной процедуры признакам действия;
- «стабилен» - в случае, если нет признаков предупреждения или действия.

Библиография

[1] МИ 2335-2003 ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ ОСТ 95 10289-2005

Номер изменения	Номера страниц (листов)				Номер документа	Подпись	Дата	Срок введения изменения
	изменённых	заменённых	новых	аннулированных				
1	Титульный лист, III, 1, 3, 11, 35	4-6, 10, 12-31, 42	-	-	-		14.05.2010	2010-10-01

gost.e-ecolog.ru