ГОСТ Р 8.580—2001

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Определение и применение показателей прецизионности методов испытаний нефтепродуктов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом по переработке нефти (ОАО «ВНИИ НП»), Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ)

ВНЕСЕН Управлением метрологии Госстандарта России

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 7 июля 2001 г. № 224-ст

3 Стандарт разработан на основе международного стандарта ИСО 4259—92 «Petroleum Products. Determination and application of precision data in relation to methods of test», который распространяется на определение и применение показателей прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) методов испытаний нефти и нефтепродуктов. Показатели прецизионности зависят только от случайных факторов и не связаны с истинным или условно истинным значением (см. 3.14 ИСО 3534-1, ИСО 5725-1)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ИЗДАНИЕ (июнь 2007 г.) с Изменением № 1, принятым в сентябре 2002 г. (ИУС 12—2002), Поправкой (ИУС 6—2002)

© ИПК Издательство стандартов, 2001
© Стандартинформ, 2007

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
1а Нормативные ссылки . . . 1
2 Определения . . . 1
3 Программа межлабораторных испытаний для определения показателей прецизионности метода испытаний . . . 3
3.1 Планирование программы межлабораторных испытаний . . . 3
3.2 Выполнение программы межлабораторных испытаний . . . 4
4 Исследование результатов межлабораторных испытаний с целью проверки однородности и выявления выбросов . . . 5
4.1 Преобразование данных . . . 5
4.2 Выявление аномальных результатов . . . 7
4.3 Браковка полного набора данных по пробе . . . 9
4.4 Оценивание результатов, заменяющих потерянные или забракованные данные . . . 11
4.5 Выявление «выпадающих» лабораторий . . . 11
4.6 Проверка правильности выбранного преобразования . . . 12
5 Дисперсионный анализ и вычисление оценок показателей прецизионности . . . 12
5.1 Дисперсионный анализ . . . 12
5.2 Математические ожидания средних квадратов и вычисление оценок показателей прецизионности . . . 15
5.3 Раздел метода испытаний «Показатели прецизионности» . . . 17
6 Повторяемость (сходимость) метода r и воспроизводимость метода R . . . 17
6.1 Повторяемость (сходимость) метода r . . . 18
6.2 Воспроизводимость метода R . . . 19
7 Спецификации (технические условия на продукцию) . . . 20
7.1 Назначение спецификаций . . . 20
7.2 Составление спецификаций . . . 20
8 Контроль качества продукции на соответствие требованиям спецификаций . . . 21
8.1 Граничные значения результатов испытаний у поставщика . . . 21
8.2 Граничные значения результатов испытаний у получателя . . . 22
9 Правила принятия или отклонения результатов испытаний в случае возникновения спора . . . 22
Приложение А Определение числа необходимых проб . . . 23
Приложение Б Формулы для расчета необходимого числа проб . . . 25
Приложение В Виды испытаний и обозначения . . . 26
Приложение Г Примеры представления результатов испытаний по определению бромного числа и статистические таблицы . . . 30
Приложение Д Виды зависимостей и подходящие преобразования . . . 37
Приложение Е Метод взвешенного линейного регрессионного анализа . . . 40
Приложение Ж Правила округления результатов . . . 45
Приложение И Пояснения к формулам, приведенным в разделе 6 . . . 46
Приложение К Уровень требований к качеству продукции в спецификациях . . . 48
Приложение Л Пояснения к некоторым понятиям . . . 51
Приложение М Библиография . . . 52

Введение

Свойства товарных нефти и нефтепродуктов оценивают с помощью стандартных лабораторных методов испытаний для контроля качества и проверки соответствия требованиям спецификаций. Два или более измерений одного и того же свойства определенного образца, выполненные каким-либо методом испытаний, обычно не дают точно один и тот же результат. Поэтому необходимо принять статистически обоснованные оценки показателей прецизионности методов введением объективной меры согласованности, которую ожидают для двух или более результатов, полученных в точно определенных условиях.

Пояснения к некоторым понятиям, используемым в настоящем стандарте, приведены в приложении Л.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

Определение и применение показателей прецизионности методов испытаний нефтепродуктов

State system for ensuring the uniformity of measurements. Determination and application of precision data in relation to petroleum products tests methods

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает способ определения и применение показателей прецизионности [повторяемости (сходимости) и воспроизводимости]* методов испытаний нефти и нефтепродуктов (далее — нефтепродуктов).

Стандарт не распространяется на материалы и вещества неоднородного состава.

Раздел 1 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1а Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

Раздел 1а **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2 Определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями. Отдельные определения даны в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1, [1] и [2].

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1 **дисперсионный анализ:** Метод анализа, позволяющий разложить общую дисперсию результатов испытаний, присущую данному методу, на составляющие, обусловленные действием определенных факторов.

2.2 **межлабораторная (лабораторная) дисперсия:** Рассеяние результатов, полученных более чем в одной лаборатории, которое обычно больше, чем в случае проведения того же числа испытаний в одной лаборатории.

Примечание — Термин используют при классификации представительных параметров дисперсии генеральной совокупности результатов, например «лабораторная дисперсия».

2.3 **смещение (отклонение):** Разность, между математическим ожиданием результатов испытаний и известным значением, если его можно определить.

Примечания

1 Для целей данного стандарта математическое ожидание (среднее значение заданной совокупности результатов испытаний) выполняет роль «истинного значения или опорного значения» (см. 2.24) (ГОСТ Р ИСО 5725-1, 3.5, d).

2 Для целей данного стандарта «известное значение» по 2.8.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* См. приложение Л.

Издание официальное

2.4 **кодирование проб:** Присвоение различным пробам определенных неповторяющихся номеров, при этом оператор не должен иметь другой идентификации или информации о пробах.

2.5 **контрольная проба (проба для испытания):** Проба, отобранная в месте передачи продукта, т. е. в месте, где ответственность за качество продукта переходит от поставщика к получателю.

2.6 **число степеней свободы:** Делитель, используемый в расчете дисперсии (число, которое на единицу меньше числа независимых результатов).

Примечание — Данное определение применимо только к простейшим случаям. Исчерпывающие определения выходят за область данного стандарта.

2.7 **определение:** Процесс выполнения серии операций, регламентированных в документе на метод испытаний, в результате выполнения которых получают единичное значение.

2.8 **известное значение:** Действительное количественное значение величины, установленное процедурой приготовления.

Примечание — Известное значение существует не всегда. Оно не может быть определено для эмпирических условных величин (например температуры вспышки).

2.9 **среднее значение (среднеарифметическое значение, среднее):** Сумма результатов для данного ряда, деленная на их число.

2.10 **средний квадрат:** Сумма квадратов, деленная на число степеней свободы.

2.11 **нормальное распределение:** Распределение вероятностей случайной непрерывной величины X, если x — любое действительное число, при котором плотность вероятности составляет

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2\right], \qquad (1)$$

$$-\infty < x < +\infty,$$

где μ — истинное значение,

σ — среднеквадратическое отклонение для нормального распределения ($\sigma > 0$).

2.12 **оператор:** Лицо, выполняющее операции испытаний.

2.13 **выброс:** Элемент совокупности значений, который несовместим с остальными элементами данной совокупности (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1).

Примечание — Статистические критерии (меры и уровни значимости), используемые для идентификации выбросов в экспериментах по оценке прецизионности на основе исследований результатов межлабораторных испытаний, изложены в разделе 4 настоящего стандарта.

2.14 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов исптыаний, полученных в конкретных регламентированных условиях (см. ГОСТ Р ИСО 5725-1 и [2]).

Примечание — «Независимые результаты исптыаний» — результаты, полученные способом, на который не оказывает влияния никакой предшествующий результат, полученный при испытаниях того же самого или подобного объекта. Количественные значения мер прецизионности существенно зависят от регламентированных условий. Крайними случаями таких условий являются условия повторяемости и условия воспроизводимости [2].

2.1.3, 2.14 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.15 **(Исключен, Изм. № 1).**

2.16 **получатель:** Лицо или организация, которые получают или принимают поставляемый поставщиком продукт.

2.17 Повторяемость (сходимость) метода

2.17.1 **повторяемость результатов испытаний:** Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени [2].

Примечание — Вероятностными характеристиками (статистическими оценками), показателями повторяемости результатов испытаний являются среднеквадратическое отклонение результатов испытаний в условиях повторяемости, дисперсия в условиях повторяемости. Термин «повторяемость (сходимость) результатов испытаний» не следует смешивать с термином «повторное испытание» (в 2.18). Повторяемость (сходимость) относят к состоянию, когда случайная изменчивость результатов минимальна. Поэтому период времени, в течение которого получают повторные результаты, должен быть минимальным, чтобы исключить ошибки, зависящие от времени, например ошибки, связанные с влиянием окружающей среды и стабильностью градуировки.

2.17.2 **предел повторяемости (сходимости) *r*:** Абсолютное значение разности двух единичных результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (см. 2.17.1) с доверительной вероятностью 95 %.

2.18 **повторное испытание:** Многократное выполнение испытаний с соблюдением требований методики с целью повышения точности результатов испытаний и получения меньшей ошибки испытаний. Повторное испытание следует отличать от обычного повторения, так как оно предполагает выполнение повторных испытаний (дублей) в одном месте и по возможности в одно и то же время. Повторным испытанием качественно определяют представительные характеристики дисперсии генеральной совокупности, которые могут быть связаны с повторными экспериментами при повторном испытании, например среднеквадратическое отклонение результатов для повторных испытаний.

2.17.1—2.18 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.19 Воспроизводимость метода

2.19.1 **воспроизводимость результатов испытаний:** Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичном материале в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования [3].

Примечание — Вероятностными характеристиками (статистическими оценками), показателями воспроизводимости результатов испытаний являются среднеквадратическое отклонение результатов испытаний в условиях воспроизводимости, дисперсиия в условиях воспроизводимости.

2.19.2 **предел воспроизводимости *R*:** Абсолютное значение разности двух результатов испытаний в условиях воспризводимости (см. 2.19.1) с доверительной вероятности 95 %.

2.19.1, 2.19.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.20 **результат испытаний:** Значение, полученное на одном или нескольких определениях в зависимости от требований, регламентированных в документе на метод испытаний (результат округляют в соответствии с приложением Ж).

2.21 **среднеквадратическое отклонение:** Мера рассеяния серий результатов испытаний относительно среднего значения равна положительному значению квадратного корня из дисперсии (оценивают по положительному значению квадратного корня из среднего квадрата).

2.22 **сумма квадратов:** Сумма квадратов разностей серий результатов и их среднего значения.

2.23 **поставщик:** Лицо или организация, которые отвечают за качество продукта вплоть до того момента, когда продукт принят получателем.

2.24 **принятое опорное значение** (для целей данного стандарта выполняет роль истинного значения): Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения с результатом испытаний и получено как математическое ожидание измеряемой характеристики, то есть среднее значение заданной совокупности результатов испытаний, полученных в *n* лабораториях при условии, что *n* неограниченно возрастает (стремится к бесконечности). Истинное значение (принятое опорное значение) зависит от применяемого метода исптыаний [2]».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.25 **дисперсия:** Среднее значение квадратов отклонения случайной переменной от ее среднего, которое оценивают по среднему квадрату.

3 Программа межлабораторных испытаний для определения показателей прецизионности метода испытаний

3.1 Планирование программы межлабораторных испытаний

3.1.1 Планирование программы межлабораторных испытаний состоит из следующих этапов:

а) подготовка проекта документа на метод испытаний;

б) планирование программы пилотных испытаний с участием двух или более лабораторий;

в) планирование программы межлабораторных испытаний.

3.1.2 Подготовка проекта документа на метод испытаний

Документ должен содержать описание всех необходимых деталей выполнения испытаний и форму отчета о результатах испытания. Любое условие, которое может повлиять на результаты, должно быть регламентировано.

Раздел, относящийся к показателям прецизионности, следует включать на этой стадии только в виде заглавия раздела.

3.1.3 Планирование программы пилотных испытаний с участием двух или более лабораторий

3.1.3.1 Программа пилотных испытаний необходима для:

а) детальной проверки операций испытаний;

б) выяснения возможности успешного выполнения оператором инструкций в документе на метод испытаний;

в) контроля мер предосторожности при обращении с пробами;

г) предварительной оценки показателей прецизионности результатов испытаний.

3.1.3.2 Для того, чтобы охватить диапазон определяемых значений результатов испытаний указанного метода, используют не менее двух проб. Следует включать не менее 12 комбинаций «лаборатория × проба». Каждую пробу испытывают дважды в каждой лаборатории в условиях повторяемости (сходимости). Если в проекте документа на метод выявляют какие-либо упущения или неточности, на этом этапе их следует исправить. Результаты следует анализировать с точки зрения их повторяемости (сходимости), воспроизводимости и наличия смещения. Если нарушение одного из этих условий слишком велико, следует рассмотреть необходимые изменения метода испытаний.

3.1.4 Планирование программы межлабораторных испытаний

3.1.4.1 Необходимо, чтобы в испытаниях участвовало пять или более лабораторий. Для уменьшения требуемого количества проб в испытаниях должны участвовать не менее шести лабораторий.

Количество проб должно быть достаточным, чтобы охватить диапазон уровней измеряемого свойства и обеспечить надежность оценок показателей прецизионности. Если результаты пилотных испытаний обнаруживают какое-либо изменение показателей прецизионности в зависимости от уровня свойства, тогда в программе межлабораторных испытаний следует предусмотреть использование не менее пяти проб. В любом случае необходимо получить не менее 30 степеней свободы и для повторяемости (сходимости), и для воспроизводимости метода. Это означает, что при планировании программы следует добиваться того, чтобы для повторяемости (сходимости) общее число пар результатов было не менее 30.

3.1.4.2 Что касается воспроизводимости, то в приложении А минимальное число необходимых для испытаний проб приведено в зависимости от общего числа лабораторий — участников испытаний (L), отношений оценок составляющих (компонент) дисперсии (P, Q), полученных в результате выполнения пилотной программы. При этом P представляет отношение компоненты, обусловленной взаимодействием, к компоненте по дублям, а Q — отношение лабораторной компоненты к компоненте по дублям.

В приложении Б приведены формулы, использованные при составлении таблицы А.1. Если Q много больше, чем P, то невозможно получить 30 степеней свободы для дисперсии. Пропуски в таблице А.1 соответствуют этой или близкой к этой ситуациям (т. е. случаям, когда для испытаний необходимо более 20 проб). В этих случаях вероятны существенные расхождения между лабораториями.

3.2 Выполнение программы межлабораторных испытаний

3.2.1 За выполнение всей программы испытаний, начиная с распространения документов и проб и кончая оцениванием результатов испытаний, должно быть ответственным одно лицо. Это лицо должно быть знакомо с методом испытаний, однако ему не следует лично принимать участие в испытаниях.

Документ с описанием метода должен быть передан всем лабораториям заблаговременно. Если какой-либо лаборатории необходимо получить опыт выполнения операций метода заранее, то эту работу следует выполнять на других пробах, а не на тех, которые используют в рамках программы.

3.2.2 Пробы должны быть складированы, разделены на части, закодированы и распределены организатором испытаний, которому следует хранить резервное количество проб на случай непредвиденных обстоятельств. При этом важно, чтобы порции для отдельных лабораторий оставались однородными.

При рассылке пробы должны быть снабжены следующими документами и инструкциями:

а) согласованный проект документа на метод испытаний;

б) инструкции по хранению проб и обращению с ними;

в) порядок, в котором пробы необходимо испытывать (для каждой лаборатории случайный порядок различен);

г) указание о том, что два результата должны быть получены на одной пробе последовательно одним оператором на одном комплекте оборудования. По статистическим причинам важно, чтобы два результата были получены независимо один от другого, т. е. чтобы знание первого

результата не вызывало смещение второго результата. При невозможности исключения субъективности оператора необходимо получать пары результатов в режиме слепого кодирования, но таким образом, чтобы обеспечить выполнение испытаний в короткий интервал времени;

д) период времени, в течение которого должны быть получены повторные результаты испытаний, и период времени, в течение которого должны быть испытаны все пробы;

е) форма протокола для отчета о результатах испытаний. Для каждой пробы должно быть предусмотрено место для даты проведения испытаний, двух результатов и комментариев по любым необычным обстоятельствам. Специально следует указать число значащих цифр в отчете о результатах испытаний;

ж) указание о том, что испытания должны быть выполнены в обычных условиях проведения испытаний с привлечением опытных операторов и продолжительность испытаний должна быть такой же, как при обычных испытаниях.

Операторы, принимавшие участие в выполнении пилотной программы испытаний, могут принимать участие и в выполнении программы межлабораторных испытаний. Если их дополнительный опыт в проведении испытаний небольшого дополнительного числа проб оказывает заметное влияние, то это должно служить предупреждением о том, что исследуемый метод является неудовлетворительным. Для того, чтобы любой такой эффект можно было обнаружить, необходимо в отчете о результатах испытаний обеспечить возможность идентификации этих операторов.

4 Исследование результатов межлабораторных испытаний с целью проверки однородности и выявления выбросов

По результатам выполнения статистически обоснованной программы межлабораторных испытаний (раздел 3) устанавливают:

а) зависимость или независимость показателей прецизионности от уровня результатов испытаний;

б) однородность показателей прецизионности для всех лабораторий и присутствие выбросов (аномальных результатов).

Технические приемы расчета результатов испытаний и примеры (расчет бромного числа) в обозначениях, указанных в приложении В, приведены в приложении Г.

Предполагают, что все результаты получены из одной нормально распределенной совокупности, либо существует возможность их преобразования в такую совокупность (4.1). Другие случаи требуют иной обработки, которая выходит за сферу действия этого стандарта [10].

Несмотря на то, что приведенные технические приемы представлены в форме, приспособленной для расчета вручную, рекомендуется использовать электронный компьютер для хранения и анализа результатов межлабораторных испытаний.

4.1 Преобразование данных

4.1.1 Для многих методов испытаний наблюдается зависимость показателей прецизионности от уровня результатов испытаний, поэтому изменчивость сообщенных результатов различается при переходе от пробы к пробе. Такое положение исправляют с помощью преобразования данных.

4.1.2 Рассчитывают лабораторные среднеквадратические отклонения D_j и среднеквадратические отклонения для дублей d_j (приложение В) и строят графики зависимости их от средних значений по пробе m_j. Если через точки, нанесенные на графике, можно провести две линии, параллельные оси значений m, тогда нет необходимости вводить преобразование.

Если через точки, нанесенные на графике, можно построить прямые непараллельные оси значений m или кривые, построенные по этим точкам, могут быть описаны зависимостями

$$D = f_1(m) \text{ и } d = f_2(m),$$

то необходимо вводить преобразование.

4.1.3 Зависимости $D = f_1(m)$ и $d = f_2(m)$ в общем случае не будут идентичны. Однако статистические процедуры этого стандарта требуют, чтобы и для повторяемости (сходимости) и для воспроизводимости было применено одно и то же преобразование. Обе зависимости комбинируют в единую зависимость в форме $D = f(m)$, включающей фиктивную переменную T, причем D теперь включает и d. Эта процедура учитывает различие между двумя зависимостями, если оно существует, и обеспечивает возможность выявления этого различия.

В приложении Д приведены виды зависимостей и подходящие преобразования.

Единую зависимость $D = f(m)$ оценивают с помощью метода взвешенного линейного регрессионного анализа (приложение Е). Следует использовать взвешенную регрессию с итерациями, однако в большинстве случаев даже простая регрессия будет давать удовлетворительную аппроксимацию. Вывод весовых функций изложен в Е.2, а расчетная процедура для регрессионного анализа — в Е.3. Типичные формы зависимости $D = f(m)$ даны в Д.1. Все они выражены в терминах параметра единого преобразования B.

4.1.4 Оценивание B и следующая за этим процедура преобразования суммированы в Д.1. Это включает статистические испытания значимости регрессии (т. е. является ли зависимость $D = f(m)$ параллельной оси значений m) и значимости различия между зависимостями для повторяемости (сходимости) и воспроизводимости. Решения по испытаниям принимают на основе 5 %-ного уровня значимости. Если обнаружено, что различие между зависимостями существует или отсутствует подходящее преобразование, следует использовать альтернативные методы [1]. В этом случае невозможно проводить испытание с целью выявления систематического смещения лаборатории по всем пробам по 4.5 либо отдельно оценивать компоненту дисперсии по взаимодействию в соответствии с 5.1.

4.1.5 Если на 5 %-ном уровне значимости было показано, что значимая регрессия в форме $D = f(m)$ существует, тогда соответствующее преобразование $y = F(x)$, где x — сообщенный результат, выражают формулой

$$F(x) = K \int \frac{dx}{f(x)}, \qquad (2)$$

где K — постоянная величина.

В этом случае все результаты следует соответствующим образом преобразовать и последующую часть анализа выполнять в терминах преобразованных результатов (Д.1).

При выборе преобразования в конкретных случаях может потребоваться помощь квалифицированного статистика. На правильность решения о выборе типа преобразования по 4.6 могут влиять аномальные результаты.

Пример — В таблице 1 представлены значения m, D и d с тремя значащими цифрами для восьми проб из приведенного в приложении Г примера. Соответствующие степени свободы приведены в скобках.

D и d возрастают с ростом m, причем скорость возрастания падает по мере увеличения m. График зависимости этих величин в билогарифмических координатах (т. е. график зависимости $\log D$ и $\log d$ от $\log m$) показывает, что вполне допустимо рассматривать эти точки как лежащие на двух прямых линиях (рисунок Е.1). Расчеты, приведенные в Е.4, показывают, что градиенты этих линий одни и те же и оцениваются значением 0,638. Учитывая ошибки в оценке этого значения, для удобства можно принять градиент равным 2/3.

Таблица 1

Параметр	Значение для пробы							
	3	8	1	4	5	6	2	7
m	0,756	1,22	2,15	3,64	10,9	48,2	65,4	114
D	0,0669 (14)	0,159 (9)	0,729 (8)	0,211 (11)	0,291 (9)	1,50 (9)	2,22 (9)	2,93 (9)
d	0,0500 (9)	0,0572 (9)	0,127 (9)	0,116 (9)	0,0943 (9)	0,527 (9)	0,818 (9)	0,935 (9)

Одно и то же преобразование предназначено для повторяемости (сходимости) и воспроизводимости и выражено формулой

$$\int \chi^{-\frac{2}{3}} d\chi = 3\chi^{\frac{1}{3}}. \qquad (3)$$

Так как постоянным множителем можно пренебречь, то преобразование сводят к извлечению кубического корня из сообщенных результатов (бромных чисел). Выполнение этой процедуры дает преобразованные данные, приведенные в таблице Г.2, в которой результаты после извлечения кубического корня приведены с тремя значащими цифрами.

4.2 Выявление аномальных результатов

4.2.1 Сообщенные данные или, если принято решение о необходимости преобразования, преобразованные результаты изучают с целью выявления аномальных результатов. Они представляют собой значения, которые настолько отличаются от остальных, что единственное заключение, которое можно сделать, что они возникли вследствие ошибок в применении исследуемого метода или вследствие испытания по ошибке другой пробы. Можно использовать различные приемы, причем связанные с ними уровни значимости расходятся. Однако было найдено, что приемы, регламентированные в следующих разделах, являются подходящими для этого стандарта. Эти испытания основаны на предположении о нормальном распределении погрешностей [10].

4.2.2 Однородность данных, используемых для определения повторяемости (сходимости) метода

Первое испытание для выявления аномальных результатов касается обнаружения противоречивых данных в парах результатов, полученных при дублировании испытаний. Это испытание [3] включает расчет e_{ij}^2 для всех комбинаций «лаборатория×проба». Далее для испытания отношения наибольшего из имеющегося набора e_{ij}^2 значений к сумме этих значений используют критерий Кохрена на 1 %-ном уровне значимости (В.4). Если значение отношения превосходит критическое значение, приведенное в таблице Г.3 и соответствующее одной степени свободы (при этом n — число пар, которыми располагают при сравнении), тогда член пары, наиболее удаленный от среднего значения по пробе, должен быть отброшен. Процесс повторяют, уменьшая n на единицу, до тех пор, пока дальнейшее отбрасывание необходимо. В определенных случаях это испытание становится подобным «снежному кому» и приводит к неприемлемо большой доле аномальных результатов (более 10 %). В этом случае следует отказаться от такого испытания по выявлению аномальных результатов, вернуть все или некоторые аномальные результаты для дальнейшей обработки и принять произвольное решение, основанное на ситуации.

Пример — В случае, относящемся к приведенному в таблице Г.2 примеру, абсолютные разности между преобразованными результатами повторных испытаний, т. е. парами чисел, рассчитанными с точностью до третьего десятичного знака, приведены в таблице 2.

Таблица 2

Обозначение лаборатории	Размах для пробы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A	42	21	7	13	7	10	8	0
B	23	12	12	0	7	9	3	0
C	0	6	0	0	7	8	4	0
D	14	6	0	13	0	8	9	32
E	65	4	0	0	14	5	7	28
F	23	20	34	29	20	30	43	0
G	62	4	78	0	0	16	18	56
H	44	20	29	44	0	27	4	32
J	0	59	0	40	0	30	26	0

Самый большой размах составляет 0,078 для лаборатории G на пробе 3. Сумма квадратов всех размахов составляет

$$0{,}042^2 + 0{,}021^2 +, \ldots, +0{,}026^2 + 0^2 = 0{,}0439.$$

В результате отношение, которое сравнивают с критическим значением в испытании по Кохрену, составляет

$$\frac{0{,}078^2}{0{,}0439} = 0{,}138.$$

В примере используют 72 размаха, а в таблице Г.3 имеется критическое значение для 80 размахов, составляющее 0,1709. Следовательно, это отношение незначимо.

4.2.3 Однородность данных, используемых для определения воспроизводимости

4.2.3.1 Последующие испытания для выявления аномальных результатов относятся к установлению однородности данных, использованных при оценке воспроизводимости и предназначенных для обнаружения либо аномальной пары результатов от лаборатории на определенной пробе, либо аномальной серии результатов от какой-либо лаборатории на всех пробах. В обоих случаях подходящим оказывается испытание по Хокинсу [4].

Процедура включает образование среднего значения по каждой пробе или общего среднего по всем лабораториям по 4.5, образование отношения наибольшего абсолютного отклонения среднего значения пробы в лаборатории от среднего для пробы по всем лабораториям (или отклонение от среднего по всей таблице) к квадратному корню из соответствующих сумм квадратов по В.3.

4.2.3.2 Отношение, соответствующее наибольшему абсолютному отклонению, следует сравнивать с критическим значением на 1 %-ном уровне значимости, приведенным в таблице Г.4. В этом случае n представляет число ячеек-комбинаций «лаборатория×проба» для рассматриваемой пробы (или число средних по всем лабораториям), а ν — число степеней свободы для суммы квадратов, которая является дополнением к квадрату, соответствующему рассматриваемой пробе. В испытании ячеек «лаборатория×проба» ν относят к остальным пробам, однако в испытании средних значений по всем лабораториям ν будет равно нулю.

4.2.3.3 Если значимый результат получают для отдельных проб, то соответствующие экстремальные значения следует отбросить, а процедуру испытания повторить. Если какие-либо экстремальные значения обнаружены среди итогов по лабораториям, то все результаты данной лаборатории следует отбросить.

Если доля брака при испытании высока (более 10 %), то следует отказаться от такого испытания по выявлению аномальных результатов, вернуть все или некоторые аномальные результаты для дальнейшей обработки и принять произвольное решение, основанное на ситуации.

Пример — Применение испытания по Хокинсу к средним значениям по ячейкам для пробы.

Первый шаг состоит в том, чтобы рассчитать отклонения средних значений по ячейкам от соответствующих средних значений по пробам для всего массива данных.

Результаты, рассчитанные с точностью до третьего десятичного разряда, представлены в таблице 3.

Таблица 3

Обозначение лаборатории	Отклонение средних значений для пробы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A	20	8	14	15	10	48	6	3
B	75	7	20	9	10	47	6	3
C	64	35	3	20	30	4	22	25
D	314	33	18	42	7	39	80	50
E	32	32	30	9	7	18	18	39
F	75	97	31	20	30	8	74	53
G	10	34	32	20	20	61	9	62
H	42	13	4	42	13	21	8	50
J	1	28	22	29	14	8	10	53
Сумма квадратов	117	15	4	6	3	11	13	17

В ходе расчета для каждой пробы вычисляют сумму квадратов отклонений. Эти результаты, также рассчитанные с точностью до единиц в третьем десятичном разряде, представлены в таблице 3.

В первую очередь испытывают ячейку с наибольшим экстремальным отклонением. Это отклонение получено лабораторией D на пробе 1.

Экспериментальное значение отношения B* в испытании по критерию Хокинса равно

$$B^* = \frac{0{,}314}{\sqrt{0{,}117 + 0{,}015 + , \ldots , + 0{,}017}} = 0{,}7281.$$

Критическое значение, соответствующее n = 9 ячейкам для пробы 1 и ν = 56 степеням свободы для других проб, получают путем интерполяции значений из таблицы Г.4, равным 0,3729. Экспериментальное значение больше критического, поэтому результаты испытаний, полученные в лаборатории D на пробе 1, отбрасывают.

Так как был отброшен аномальный результат, среднее значение, отклонения и сумму квадратов для пробы 1 пересчитывают, а процедуру выявления аномальных результатов повторяют.

Следующей испытываемой ячейкой является ячейка с результатом, полученным лабораторией F на пробе 2. Экспериментальное значение отношения B* в испытании по Хокинсу для этой ячейки составляет

$$B^* = \frac{0{,}097}{\sqrt{0{,}006 + 0{,}015 + , \ldots , + 0{,}017}} = 0{,}3542.$$

Критическое значение, соответствующее n = 9 ячейкам для пробы 1 и ν = 55 степеням свободы, соответствующим алгебраическому дополнению, получают путем интерполяции значений из таблицы Г.4 равным 0,3756. Так как экспериментальное значение меньше критического, то продолжать процедуру браковки не нужно.

4.3 Браковка полного набора данных по пробе

4.3.1 Межлабораторное среднеквадратическое отклонение и среднеквадратическое отклонение для повторных испытаний следует исследовать на предмет выявления «выпадающих» проб. Если исходные данные были подвергнуты преобразованию или какие-либо результаты были отброшены как аномальные, то следует вычислить новые значения среднеквадратических отклонений.

Если среднеквадратическое отклонение для какой-либо пробы оказывается исключительно большим, его следует исследовать с целью выявления необходимости браковки всех результатов испытаний этой пробы.

Для этого используют критерий Кохрена на 1 %-ном уровне значимости, если среднеквадратические отклонения основаны на одинаковом числе степеней свободы. Испытание включает вычисление отношения наибольшей из соответствующих сумм квадратов (межлабораторных или для повторных испытаний в зависимости от ситуации) к их общей сумме по В.2. Если экспериментальное значение отношения превосходит критическое, приведенное в таблице Г.3 с n в качестве числа проб и ν в качестве степеней свободы для отдельного среднего квадратического отклонения, то все результаты для рассматриваемой пробы следует забраковать. В этом случае следует проверить, не обусловлено ли экстремальное среднеквадратическое отклонение применением неподходящего преобразования по 4.1 или необнаруженными аномальными результатами.

4.3.2 Не существует оптимального испытания для исследования однородности среднеквадратических отклонений, основанных на различных степенях свободы. Тем не менее распределение отношения максимальной дисперсии к дисперсии, средневзвешенной по всем остальным пробам, подчиняется F-распределению с ν_1 и ν_2 степенями свободы (В.4). В этом случае ν_1 — степени свободы для дисперсии, о которой идет речь, а ν_2 — степени свободы взвешенной дисперсии для остальных проб. Если экспериментальное значение отношения больше критического, приведенного в таблицах Г. 6.1 — Г. 6.5 и соответствующего уровню значимости $0{,}01/S$, где S — число проб, то результаты для рассматриваемой пробы следует отвергнуть.

Пример — Среднеквадратические отклонения преобразованных результатов испытаний после отбраковки пары результатов, полученных в лаборатории D на пробе 1, приведены в таблице 4 в возрастающем порядке средних значений по пробам, скорректированных с точностью до трех значащих цифр после запятой. Соответствующие степени свободы приведены в скобках.

Исследования показывают, что выпадающие пробы среди них отсутствуют. Следует отметить, что среднеквадратические отклонения теперь не зависят от средних значений по пробам, что и было целью преобразования данных.

Числовые значения в таблице 5, взятые из программы испытаний по определению бромных чисел, превышающих 100, иллюстрируют случай признания аномальными всех результатов по отдельной пробе.

Таблица 4

Наименование характеристики	Значение для пробы							
	3	8	1	4	5	6	2	7
Среднее значение для пробы	0,9100	1,066	1,240	1,538	2,217	3,639	4,028	4,851
Межлабораторное среднеквадратическое отклонение	0,0278 (14)	0,0473 (9)	0,0354 (13)	0,0297 (11)	0,0197 (9)	0,0378 (9)	0,0450 (9)	0,0416 (9)
Среднеквадратическое отклонение для дублей	0,0214 (9)	0,0182 (9)	0,0281 (8)	0,0164 (9)	0,0063 (9)	0,0132 (9)	0,0166 (9)	0,0130 (9)

Таблица 5

Наименование характеристики	Значение для пробы							
	90	89	93	92	91	94	95	96
Среднее значение для пробы	96,1	99,8	119,3	125,4	126,0	139,1	139,4	159,5
Межлабораторное среднеквадратическое отклонение	5,10(8)	4,20(9)	15,26(8)	4,40(11)	4,09(10)	4,87(8)	4,74(9)	3,85(8)
Среднеквадратическое отклонение для дублей	1,13(8)	0,99(8)	2,97(8)	0,91(8)	0,73(8)	1,32(8)	1,12(8)	1,36(8)

4.3.3 При исследовании выявлено, что межлабораторное среднеквадратическое отклонение для пробы 93, равное 15,26, существенно больше, чем среднеквадратические отклонения для других проб. Необходимо отметить, что среднеквадратическое отклонение для повторных испытаний также велико.

Так как степени свободы для межлабораторного среднеквадратического отклонения не одинаковы для различных проб, следует использовать испытание, основанное на отношении дисперсий (испытание по модифицированному критерию Фишера).

Средневзвешенная дисперсия, не включающая пробу 93, представляет собой сумму сумм квадратов, деленную на общее число степеней свободы, т. е.

$$\frac{(8\times 5{,}10^2 + 9\times 4{,}20^2 + ,\ldots, + 8\times 3{,}85^2)}{(8+9+,\ldots,+8)} = 19{,}96.$$

Затем рассчитывают дисперсионное отношение

$$(15{,}26)^2/19{,}96 = 11{,}66.$$

Согласно таблицам Г.6.1 — Г.6.5 критическое значение, соответствующее уровню значимости 0,01/8=0,00125 для 8 и 63 степеней свободы, равно приблизительно 4. Это меньше экспериментального значения. Поэтому результаты для пробы 93 следует признать аномальными и отбросить.

4.3.4 Если степени свободы для отдельных проб одинаковы для всех проб, можно применять испытание по Кохрену. Критерий Кохрена будет представлять в этом случае отношение наибольшей суммы квадратов (проба 93) к сумме всех остальных сумм квадратов, т. е.

$$2{,}97^2/(1{,}13^2 + 0{,}99^2 +, \ldots, + 1{,}36^2) = 0{,}510.$$

Этот результат больше критического значения 0,352, соответствующего $n = 8$ и $\nu = 8$ (таблица Г.3). Следовательно результаты, полученные на пробе 93, следует признать аномальными.

4.4 Оценивание результатов, заменяющих потерянные или забракованные данные

4.4.1 Потерян или забракован один из двух результатов в серии повторных испытаний.

Если один из пары результатов в серии повторных испытаний — дублей (y_{ij1} или y_{ij2}) потерян или забракован, следует принять, что он имеет значение, равное значению другого результата в серии в соответствии с методом наименьших квадратов.

4.4.2 Потеряны или забракованы оба результата в серии повторных испытаний.

Если оба результата в серии повторных испытаний — дублей потеряны, $a_{ij} = (y_{ij1} + y_{ij2})$ следует оценивать суммой квадратов по взаимодействию «лаборатория×проба», включающей потерянные значения в значении суммы пар результатов всех комбинаций «лаборатория×проба» как неизвестные переменные. При этом следует игнорировать любую лабораторию или пробу, все результаты которой были забракованы, и использовать новые значения L и S. Оценки потерянных или отбракованных результатов находят по частным от производных этой суммы по каждой переменной, приравнивая их нулю, и последующим решением системы нормальных уравнений.

Формулу (4) используют, когда следует оценить сумму одной пары. Если необходимо получить большее число оценок, можно использовать процедуру последовательного приближения. В этом случае сумму каждой пары оценивают по очереди, последовательно по формуле (4) с использованием новых значений L_1, S_1 и T_1, которые содержат последние оценки других потерянных пар. Начальные значения для оценок могут быть основаны на подходящем среднем значении для пробы, и процесс обычно сходится к требуемому уровню прецизионности после трех итераций. Более детальное изучение вопроса приведено в [7].

Если необходимо оценить значение суммы одной пары a_{ij}, оценку получают по формуле

$$a_{ij} = \frac{1}{(L-1)(S'-1)}(LL_1 + S'S_1 - T_1), \qquad (4)$$

где S' = S минус число проб, признанных выпадающими согласно процедуре по 4.3;

L_1 — сумма оставшихся в i-й лаборатории пар результатов;

S_1 — сумма оставшихся для j-й пробы пар результатов;

T_1 — общая сумма пар результатов, за исключением суммы потерянной пары a_{ij}.

Пример — Два результата лаборатории D на пробе 1 были признаны аномальными и отброшены по 4.2.2. Поэтому a_{41} следует оценить.

Сумма полных пар результатов, оставшихся в лаборатории D, равна 36,354.

Сумма полных пар результатов, оставшихся для пробы 1, равна 19,845.

Сумма всех полных пар результатов, за исключением a_{41}, равна 348,358.

Кроме того, $S' = 8$ и $L = 9$. Оценку a_{41} представляют выражением

$$a_{ij}(a_{41}) = \frac{1}{(9-1)(8-1)}[(9\times 36{,}354) + (8\times 19{,}845) - 348{,}358].$$

Следовательно,

$$a_{ij}(a_{41}) = \frac{137{,}588}{56} = 2{,}457.$$

4.5 Выявление «выпадающих» лабораторий

На этой стадии остается выполнить еще одно испытание с целью выявления «выпадающих» лабораторий. В этом испытании определяют, является ли необходимой браковка всего набора результатов, полученных какой-либо отдельной лабораторией. Испытание невозможно было выполнить на более ранней стадии, за исключением того случая, когда отсутствуют потерянные или отброшенные отдельные результаты или пары результатов. Процедура и в этом случае включает испытание по критерию Хокинса (4.2.2). Испытание применяют к лабораторным средним значениям по всем пробам, включающим все оцененные результаты. Если результаты какой-либо лаборатории признают выпадающими по всем пробам и отбрасывают, то для других потерянных результатов, сохранившихся в массиве данных, следует рассчитать новые оценки по 4.4.

Пример — Процедура в применении к лабораторным средним значениям, показанным ниже в таблице 6, соответствует приведенной в 4.2.3.

Таблица 6

Обозначение лаборатории	A	B	C	D	E	F	G	H	J
Среднее значение	2,437	2,439	2,424	2,426*	2,444	2,458	2,410	2,428	2,462
* Включает оцененное значение.									

Отклонения лабораторных средних значений от общего среднего значения приведены в таблице 7 в единицах третьего десятичного знака вместе с суммой квадратов.

Таблица 7

Обозначение лаборатории	A	B	C	D	E	F	G	H	J	SS
Среднее значение	1	3	12	10	8	22	26	8	26	2,22

Экспериментальное значение отношения B*, полученное в испытании по критерию Хокинса, равно

$$B^* = 0{,}026 / \sqrt{0{,}00222} = 0{,}5518.$$

Сравнение со значением, табулированным в таблице Г.4 для $n = 9$ и $\nu = 0$, показывает, что экспериментальное значение отношения незначимо и, следовательно, нет необходимости браковать всю серию результатов, полученных данной или какой-либо другой лабораторией.

4.6 Проверка правильности выбранного преобразования

На этой стадии следует проверить, не являются ли выявленные аномальные результаты причиной, вызвавшей необходимость преобразования исходных данных. Для проверки, если необходимо, следует повторить процедуру, описанную в 4.1, после удаления аномальных результатов. Если выбрано новое преобразование, испытания по выявлению аномальных результатов следует повторить.

Пример — В данном случае нет необходимости повторять расчеты согласно 4.1 с аномальной парой результатов, которая была удалена.

5 Дисперсионный анализ и вычисление оценок показателей прецизионности

Анализ проводят после проверки однородности опытных данных, преобразования исходных данных, если это оказалось необходимым, и отбраковки всех выпадающих результатов в соответствии с разделом 4. Начинают с конструирования таблицы дисперсионного анализа и заканчивают вычислением оценок показателей прецизионности.

5.1 Дисперсионный анализ

5.1.1 Формирование сумм квадратов для нахождения суммы квадратов по взаимодействию «лаборатория×проба»

5.1.1.1 Все имеющиеся оцененные значения включают в массив исходных данных и выполняют приближенный дисперсионный анализ.

Поправка на среднее значение

$$M = T^2 / 2L'S', \qquad (5)$$

где $L' = L$ минус число лабораторий, отброшенных по 4.5, минус число лабораторий, в которых после отбраковки по 4.2.2 отсутствуют результаты; $S' = S$ минус число проб, отбракованных в соответствии с 4.3.

Сумма квадратов по пробам равна

$$\left[\sum_{j=1}^{S'}\left(g_j^2 / 2L'\right)\right] - \text{М}. \qquad (6)$$

Сумма квадратов по лабораториям равна

$$\left[\sum_{i=1}^{L'}\left(h_i^2 / 2S'\right)\right] - \text{М}. \qquad (7)$$

Сумма квадратов по парам результатов равна

$$(1/2)\left[\sum_{i=1}^{L'}\sum_{j=1}^{S'} a_{ij}^2\right] - \text{М}. \qquad (8)$$

I (сумма квадратов по взаимодействию «лаборатория×проба» равна сумме квадратов по парам результатов минус сумму квадратов по лабораториям минус сумму квадратов по пробам.

После исключения пар, содержащих оцененные значения, находим *E* (сумму квадратов по повторным испытаниям)

$$(1/2)\sum_{i=1}^{L'}\sum_{j=1}^{S'} e_{ij}^2. \qquad (9)$$

Цель выполнения приближенного дисперсионного анализа состоит в том, чтобы получить минимальную оценку суммы квадратов по взаимодействию «лаборатория×проба» *I*. Затем, как показано в 5.1.2, оценку используют при получении суммы квадратов по лабораториям.

При отсутствии в массиве исходных данных оцененных значений указанный выше дисперсионный анализ становится точным и процедуру по 5.1.2 следует пропустить.

Пример — Поправка на среднее значение равна

$$\frac{350{,}815^2}{144} = 854{,}6605.$$

Сумма квадратов по пробам равна

$$\frac{22{,}302^2 + 72{,}512^2 + ,\ldots, + 19{,}192^2}{18} - 854{,}6605 = 293{,}5409.$$

Сумма квадратов по лабораториям равна

$$\frac{38{,}992^2 + 39{,}020^2 + ,\ldots, + 39{,}387^2}{16} - 854{,}6605 = 0{,}0356.$$

Сумма квадратов по парам результатов равна

$$(1/2)\ (2{,}520^2 + 8{,}041^2 + , \ldots , + 2{,}238^2) - 854{,}6605 = 293{,}6908\ .$$

Сумма квадратов по повторным испытаниям равна

$$(1/2)\ (0{,}042^2 + 0{,}021^2 + , \ldots , + 0^2) = 0{,}0219\ .$$

Это позволяет составить сводную таблицу 8.

Таблица 8

Источник изменчивости	Сумма квадратов
Пробы	293,5409
Лаборатории	0,0356
Лаборатория×проба	0,1143
Пары (итог)	293,6908
Повторные испытания — дубли	0,0219

5.1.2 Формирование сумм квадратов для точного дисперсионного анализа

В этом пункте оцененные значения пар в расчет не принимают и рассчитывают новые значения g_j.

Для точного дисперсионного анализа составляют суммы квадратов [5].

Некорректированная сумма квадратов по пробам равна

$$\sum_{j=1}^{S'} \frac{g_j^2}{S_j}, \tag{10}$$

где $S_j = 2$ (L' — число потерянных пар на j-й пробе).

Некорректированная сумма квадратов по парам результатов равна

$$(1/2) \sum_{i=1}^{L'} \sum_{j=1}^{S'} a_{ij}^2 . \tag{11}$$

Сумма квадратов по лабораториям равна сумме квадратов по парам результатов минус сумму квадратов по пробам, минус минимальную оценку суммы квадратов по взаимодействию «лаборатория×проба»

$$(1/2) \left[\sum_{i=1}^{L'} \sum_{j=1}^{S'} a_{ij}^2 \right] - \left[\sum_{j=1}^{S'} \frac{g_j^2}{S_j} \right] - I . \tag{12}$$

Пример — Некорректированная сумма квадратов по пробам равна

$$\frac{19{,}845^2}{16} + \frac{72{,}512^2}{18} + ,\ldots, + \frac{19{,}192^2}{18} = 1145{,}1834 .$$

Некорректированная сумма квадратов по парам результатов равна

$$\frac{2{,}520^2}{2} + \frac{8{,}041^2}{2} + ,\ldots, + \frac{2{,}238^2}{2} = 1145{,}3329 .$$

Следовательно, сумма квадратов по лабораториям равна

$$1145{,}3329 - 1145{,}1834 - 0{,}1143 = 0{,}0352 .$$

5.1.3 Степени свободы

Число степеней свободы для лабораторий равно (L' — 1). Число степеней свободы для взаимодействия «лаборатория×проба» равно (L' — 1) (S' — 1) для полного массива исходных данных и уменьшается на единицу за счет каждой пары, которая была оценена. Число степеней свободы для повторных испытаний равно ($L'S'$) и уменьшается на единицу для каждой пары, которая содержит одно или два оцененных значения.

Пример — В рассматриваемом примере имеется 8 проб и 9 лабораторий. Поскольку ни одна из лабораторий или проб не была исключена полностью из рассмотрения, то $S' = 8$ и $L' = 9$.

Число степеней свободы по лабораториям равно $L - 1 = 8$. В случае отсутствия значений число степеней свободы для взаимодействия «лаборатория×проба» составляло бы (9—1)(8—1) = 56. Однако одна пара была оценена, следовательно, число степеней свободы для взаимодействия «лаборатория×проба» равно 55. Число степеней свободы для повторных испытаний при отсутствии оцененных значений было бы равно 72. Однако в рассматриваемом случае одна пара была оценена и поэтому число степеней свободы для повторных испытаний равно 71.

5.1.4 Средние квадраты и дисперсионный анализ

Средний квадрат в каждом случае равен сумме квадратов, деленной на число степеней свободы. Это позволяет составить следующую таблицу дисперсионного анализа (таблица 9).

Отношение M_L / M_{LS} имеет F-распределение с соответствующими степенями свободы для лабораторий и взаимодействия по В.4. Если это отношение превосходит 5 %-ный критический уровень, приведенный в таблицах Г.6.1 — Г.6.5, то предполагают наличие смещения между лабораториями, и руководитель программы должен быть проинформирован в соответствии с 3.4. В этом случае могут оказаться необходимыми дальнейшие работы по стандартизации метода испытаний.

Таблица 9

Источник изменчивости	Степени свободы	Сумма квадратов	Средний квадрат
Лаборатории	$L' - 1$	Сумма квадратов по лабораториям	M_L
«Лаборатория×проба»	$(L' - 1)$ $(L' - 1)$ — число оцененных пар	I	M_{LS}
Повторные испытания	$L'S'$ — число пар с одним или двумя оцененными значениями	E	M_r

Пример — Результаты дисперсионного анализа представлены в таблице 10.

Таблица 10

Источник изменчивости	Степени свободы	Сумма квадратов	Средний квадрат
Лаборатории	8	0,0352	0,004400
«Лаборатория×проба»	55	0,1143	0,002078
Повторные испытания	71	0,0219	0,000308

Значение отношения M_L / M_{LS} = 0,0044 / 0,002078 равно 2,117, и оно превосходит 5 %-ный критический уровень, полученный из таблицы Г.6.1, что указывает на наличие смещения между лабораториями.

5.2 Математические ожидания средних квадратов и вычисление оценок показателей прецизионности

5.2.1 Математические ожидания средних квадратов, расчитанные по данным, в которых отсутствуют оцененные значения

Для полного массива данных, не содержащих оцененных значений, математические ожидания равны:

лаборатории: $\sigma_0^2 + 2\sigma_1^2 + 2S'\sigma_2^2$;

«лаборатория×проба»: $\sigma_0^2 + 2\sigma_1^2$;

повторные испытания: σ_0^2;

где σ_1^2 — составляющая дисперсии, обусловленная взаимодействием между лабораториями и пробами;

σ_2^2 — составляющая дисперсии, обусловленная различиями между лабораториями.

5.2.2 Математические ожидания средних квадратов, рассчитанные по данным, содержащим оцененные значения

При расчете математических ожиданий средних квадратов по данным, содержащим оценочные значения, перед σ_1^2 и σ_2^2 появляются коэффициенты и выражения принимают вид:

лаборатории: $\sigma_0^2 + \alpha\sigma_1^2 + \beta\sigma_2^2$;

«лаборатория×проба»: $\sigma_0^2 + \gamma\sigma_1^2$;

повторные испытания: σ_0^2,

где $$\alpha = \sum_{i=1}^{L'}\left(\sum_{j=1}^{S'} n_{ij}^2\right)\left(\frac{1}{N_i} - \frac{1}{N'}\right) / (L' - 1);$$

$$\beta = \left(N' - \frac{1}{N'} \sum_{i=1}^{L'} N_i^2 \right) / (L' - 1);$$

$$\gamma = \left(N' - \frac{1}{N'} \sum_{i=1}^{L'} \sum_{j=1}^{S'} n_{ij}^2 \right) / (K - 1);$$

где n_{ij} — число результатов, фактически полученных в i-й лаборатории на j-й пробе;

N_i — число результатов, полученных в i-й лаборатории;

N' — общее число фактически полученных результатов минус число отбракованных результатов;

K — число $L \times S$ ячеек (таблица В.1), которые содержат не менее одного незабракованного результата.

Если ячейки, содержащие только один результат, отсутствуют, то

$$\alpha = \gamma = 2.$$

Примечание — Выводы основаны на допущении, что эффекты обеих независимых переменных, лаборатории и пробы, являются «случайными эффектами».

Пример — Для рассматриваемого примера с 8 пробами и 9 лабораториями

$$\alpha = \left[7 \times 2^2 \left(\frac{1}{14} - \frac{1}{142} \right) + 8 \times 8 \times 2^2 \left(\frac{1}{16} - \frac{1}{142} \right) \right] / 8 = 2.$$

$$\beta = \left[142 - \frac{(8 \times 16^2 + 14^2)}{142} \right] / 8 = 15,78 .$$

$$\beta = \left[142 - \frac{(71 \times 2^2)}{142} \right] / 70 = 2 .$$

5.2.3 Вычисление оценок показателей прецизионности

5.2.3.1 Повторяемость (сходимость) метода

Дисперсия, характеризующая повторяемость (сходимость) метода, равна удвоенному среднему квадрату по повторным испытаниям. Оценка повторяемости (сходимости) метода равна произведению среднеквадратического отклонения, характеризующего повторяемость (сходимость) метода, на коэффициент t для соответствующего числа степеней свободы (таблица Г.5) и доверительной вероятности 95 % при двусторонней постановке задачи.

Вычисленную таким образом оценку следует округлить до последнего разряда, использованного в отчете о результатах испытаний, что является следствием определения понятия повторяемость (сходимость) метода.

Примечание — Если было применено преобразование $y = f(x)$, то следует учитывать, что

$$r(x) \approx \left| \frac{dx}{dy} \right| r(y), \qquad (13)$$

где $r(x)$, $r(y)$ являются соответствующими функциями повторяемости (сходимости) (таблица Д.1). Аналогичная зависимость связывает функции воспроизводимости $R(x)$, $R(y)$.

Пример

Дисперсия, характеризующая условия повторяемости (сходимости), равна $2\sigma_0^2 = 0,000616$.

Повторяемость (сходимость) величин $y = t_{71}\sqrt{0,000616} = 0,0495$.

Повторяемость (сходимость) величин $x = 3x^{2/3} \times 0,0495 = 0,148 \times x^{2/3}$.

5.2.3.2 Воспроизводимость метода

Дисперсия, характеризующая воспроизводимость метода, равна

$$2\left(\sigma_0^2 + \sigma_1^2 + \sigma_2^2\right).$$

Она может быть вычислена с помощью формулы (14).

Дисперсия, характеризующая условия воспроизводимости, равна

$$\frac{2}{\beta} M_L + \frac{2}{\gamma\beta}(\beta - \alpha) M_{LS} + \frac{2}{\gamma\beta}(\alpha - \beta - \gamma + \gamma\beta) M_r, \qquad (14)$$

где обозначения имеют то же значение, что и в 5.1.4 и 5.2.2.

Оценка воспроизводимости метода равна произведению среднего квадратического отклонения, характеризующего воспроизводимость метода, на коэффициент t для соответствующего числа степеней свободы (таблица Г.5), и доверительной вероятности 95 % при двусторонней постановке задачи. Формула (15) дает приблизительную оценку числа степеней свободы для дисперсии, характеризующей условия воспроизводимости,

$$v = \frac{(\text{Дисперсия, характеризующая воспроизводимость метода})^2}{\frac{r_1^2}{L'-1} + \frac{r_2^2}{v_{LS}} + \frac{r_3^2}{v_r}}, \qquad (15)$$

где r_1, r_2 и r_3 — три члена формулы (14), представленные в той же последовательности;

v_{LS} — число степеней свободы дисперсии для взаимодействия «лаборатория×проба»;

v_r — число степеней свободы дисперсии для повторных испытаний (дублей).

Оценку воспроизводимости метода следует округлить до последнего разряда, использованного в отчете о результатах испытаний, что является следствием определения понятия «воспроизводимость метода».

Значительное смещение между лабораториями приводит к потере общего числа степеней свободы, оцененного с помощью формулы (15). Если дисперсия, характеризующая условия воспроизводимости, основана менее чем на 30 степенях свободы, руководитель программы исследования должен быть проинформирован (возможно, будут необходимы работы по дальнейшей стандартизации метода).

Пример — Дисперсия, характеризующая воспроизводимость метода, равна

$$\left(\frac{2}{15{,}78} \times 0{,}00440\right) + \left(\frac{13{,}78}{15{,}78} \times 0{,}002078\right) + 0{,}000308 =$$

$$= 0{,}000558 + 0{,}001815 + 0{,}000308 = 0{,}002681.$$

$v = 7188 / (39 + 60 + 1) = 72$ (результат округлен до ближайшей значащей цифры в целой части числа).

Воспроизводимость величины y равна $t_{72}\sqrt{0{,}002681} = 0{,}1034$.

Воспроизводимость величины x равна $0{,}310x^{2/3}$.

5.3 Раздел метода испытаний «Показатели прецизионности»

После того, как показатели прецизионности метода испытаний были установлены в соответствии с настоящим стандартом, их включают в документ, регламентирующий метод испытаний, в следующей форме:

Диапазон или описание проб	Повторяемость (сходимость) метода	Воспроизводимость метода

Эти значения показателей прецизионности получены путем последовательного использования определений и процедур ИСО 4259.

6 Повторяемость (сходимость) метода r и воспроизводимость метода R

Значения этих показателей оценивают с помощью дисперсионного анализа (двухфакторная схема с повторными испытаниями), примененного к результатам, полученным в ходе выполнения статистически обоснованной программы межлабораторных исследований. В соответствии с этой программой каждая из ряда лабораторий испытывает набор проб. Значения показателей

повторяемости (сходимости) и воспроизводимости метода включают в каждый документ, регламентирующий метод испытаний. Следует отметить, что последний показатель всегда превосходит первый при условии, что показатели выведены в соответствии с рекомендациями [1].

Статистическое обоснование формул, примененных в этом разделе, приведено в приложении И.

6.1 Повторяемость (сходимость) метода *r*

Большинство лабораторий не проводят на каждой пробе более одного испытания для целей рутинного контроля качества, за исключением необычных обстоятельств (например, в случае спора или если оператор желает убедиться, что применяемые им технические приемы удовлетворительны). В этих обстоятельствах, когда получено несколько результатов, желательно проверить совместимость результатов повторных испытаний с требованиями повторяемости (сходимости) метода. Соответствующая процедура приведена в 6.1.1. Кроме того, полезно знать, какую степень доверия можно приписать среднему значению полученных результатов. Метод ее определения приведен в 6.1.2.

6.1.1 Приемлемость результатов

Если в условиях повторяемости (сходимости) метода получены только два результата и расхождение между ними равно или меньше *r*, оператор может считать, что его работа находится под контролем. Он может принять среднее значение двух результатов в качестве оцененного значения определяемого свойства.

Если расхождение двух результатов превышает *r*, оба результата считают подозрительными и получают дополнительно не менее трех результатов. После этого рассчитывают разность наиболее удаленного результата и среднего значения остальных результатов с учетом первых двух. Эту разность сравнивают с новым значением r_1, которое следует рассчитать вместо *r*. Значение r_1 рассчитывают по формуле

$$r_1 = r\sqrt{\frac{k}{2(k-1)}}, \tag{16}$$

где k — общее число полученных результатов.

Если разность меньше или равна r_1, то все полученные результаты следует считать приемлемыми. Если разность более r_1, отбрасывают наиболее удаленный результат и повторяют изложенную в этом пункте процедуру браковки до получения приемлемой группы результатов.

Среднее значение приемлемых результатов следует принять в качестве оцененного значения определяемого свойства. Однако если из общего числа не более 20 было отбраковано два или более результатов, то процедуру выполнения испытаний и аппаратуру следует проверить и, если возможно, выполнить новую серию испытаний.

6.1.2 Доверительные границы

Если один оператор, результаты работы которого удовлетворяют требованиям прецизионности метода испытаний, получает серию из k результатов в условиях повторяемости (сходимости) метода и среднее значение этой серии равно X, то с 95 %-ной доверительной вероятностью можно допустить, что истинное значение определяемой характеристики свойства μ находится внутри границ

$$\overline{X} - \frac{R_1}{\sqrt{2}} \le \mu \le \overline{X} - \frac{R_1}{\sqrt{2}}, \tag{17}$$

где

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2\left(1 - \frac{1}{k}\right)}. \tag{18}$$

Подобным образом при односторонней постановке задачи, когда фиксируют только одну границу (верхнюю или нижнюю), с 95 %-ной доверительной вероятностью можно принять, что истинное значение определяемой характеристики свойства μ ограничено областью значений

$$\mu \le \overline{X} + 0{,}59\,R_1 \text{ (верхняя граница)} \tag{19}$$

или

$$\mu \ge \overline{X} - 0{,}59\,R_1 \text{ (нижняя граница)}. \tag{20}$$

Коэффициент 0,59 — это отношение 0,84 / $\sqrt{2}$. Вывод значения 0,84 приведен в приложении И.

Вследствие того, что для большинства методов испытаний r намного меньше R, незначительное улучшение прецизионности метода для среднего значения получают многократным выполнением испытаний в условиях повторяемости (сходимости).

Если обнаружено, что воспроизводимость метода R значительно превосходит повторяемость (сходимость) метода r, то следует подвергнуть анализу причины столь большого значения отношения R/r и, насколько возможно, улучшить метод.

6.2 Воспроизводимость метода R

6.2.1 Приемлемость результатов

Приведенная процедура предназначена для определения приемлемости результатов, полученных различными лабораториями в процессе обычной повседневной деятельности, по степени их согласованности с воспроизводимостью метода испытаний. При возникновении спора между поставщиком и получателем следует действовать в соответствии с процедурой, изложенной в разделах 7 — 9.

Если в двух лабораториях получены единичные результаты и их разность меньше или равна R, оба результата следует считать приемлемыми. Среднее значение этих результатов вернее, чем каждый из результатов в отдельности, и его следует рассматривать как оцененное значение определяемого свойства.

Если разность указанных результатов превышает R, оба результата считают подозрительными. В этом случае каждой лаборатории следует получить дополнительно не менее трех приемлемых результатов по 6.1.1. Разность средних значений всех приемлемых результатов от каждой лаборатории следует оценить на соответствие, используя новое значение R_2 вместо R. R_2 выражают формулой

$$R_2 = \sqrt{R^2 - r^2\left(1 - \frac{1}{2k_1} - \frac{1}{2k_2}\right)}, \qquad (21)$$

где R — воспроизводимость метода;

r — повторяемость (сходимость) метода;

k_1 — число результатов, полученных в первой лаборатории;

k_2 — число результатов, полученных во второй лаборатории.

Если разность этих средних значений меньше или равна R_2, эти средние значения считают приемлемыми, и их общее среднее значение следует рассматривать как оцененное значение определяемого свойства. Если разность между средними значениями превосходит R_2, следует действовать в соответствии с процедурой, изложенной в разделах 7 — 9.

Если более двух лабораторий, т. е. $(N + 1) \rangle 2$, представили по одному или более приемлемых результатов, находят разность наиболее удаленного лабораторного среднего значения и среднего значения остальных N лабораторных средних значений. Полученную разность следует сравнивать с R_3, значение которой рассчитывают по формулам:

$$R_3 = \sqrt{\frac{R_1^2}{2} + \frac{R_4^2}{2N}}, \qquad (22)$$

$$R_4 = \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{N}\left(N - \frac{1}{k_1} - \frac{1}{k_2} - \ldots - \frac{1}{k_N}\right)}. \qquad (23)$$

Значение R_1 определяют согласно формуле (18). Она соответствует наиболее удаленному лабораторному среднему значению.

Если разность меньше или равна R_3 по абсолютному значению, то все результаты следует рассматривать как приемлемые, и их среднее значение принимают как оцененное значение определяемого свойства.

Если разность превосходит R_3, наиболее удаленное лабораторное среднее значение отбрасывают. Используя формулы (22) и (23), сравнение повторяют до получения приемлемой группы средних значений по лабораториям. Среднее значение этих лабораторных средних значений принимают в качестве оцененного значения определяемого свойства. Однако если из общего числа не

более 20 было отбраковано два или более лабораторных средних значений, то процедуру выполнения испытаний и аппаратуру следует проверить и, если возможно, выполнить новую серию испытаний.

6.2.2 Доверительные границы

Если в N лабораториях получены один или более результатов в условиях повторяемости (сходимости) и воспроизводимости метода, из которых образуют общее среднее для лабораторных средних значений $\overline{X}$, с 95 %-ной доверительной вероятностью можно допустить, что истинное значение определяемой характеристики свойства μ находится внутри границ

$$\overline{X} - \frac{R_4}{\sqrt{2N}} \le \mu \le \overline{X} + \frac{R_4}{\sqrt{2N}}. \qquad (24)$$

Подобным образом при односторонней постановке задачи, когда фиксируют только одну границу (верхнюю или нижнюю), с 95 %-ной доверительной вероятностью можно принять, что истинное значение определяемой характеристики свойства μ ограничено областью значений

$$\mu \le \overline{X} + 0{,}59\frac{R_4}{\sqrt{N}} \text{ (верхняя граница)} \qquad (25)$$

или

$$\mu \ge \overline{X} - 0{,}59\frac{R_4}{\sqrt{N}} \text{ (нижняя граница).} \qquad (26)$$

Кроме того, эти формулы позволяют данной лаборатории ($N = 1$) определить доверительную границу, которую можно приписать среднему значению полученных результатов при сравнении с истинным значением.

7 Спецификации (технические условия на продукцию)

7.1 Назначение спецификаций

Назначением спецификаций (технических условий) является установление фиксированной границы или границ для истинного значения рассматриваемого свойства (показателя качества). Однако на практике это истинное значение невозможно установить точно. Заданное свойство определяют в лаборатории с помощью стандартного метода испытаний. Результаты, полученные с использованием стандартного метода, как правило, демонстрируют некоторое рассеяние, что и определяют с помощью повторяемости (сходимости) и воспроизводимости метода. Поэтому в отношении истинного значения определяемого свойства всегда существует некоторая неопределенность.

Соответствие требованиям спецификаций проверяют в соответствии с разделами 8 и 9. При предварительном соглашении между поставщиком и потребителем можно использовать альтернативные процедуры, изложенные в приложении К.

7.2 Составление спецификаций

7.2.1 Границы допускаемых значений определяемого свойства продукции обычно устанавливают с помощью спецификаций. Чтобы исключить неопределенность, такие границы, как правило, должны быть выражены в соответствующей форме, а именно, «не менее...» или «не более...». Границы бывают двух типов.

- двусторонние границы, верхняя и нижняя, например, «вязкость не менее 5 мм^2/с и не более 10 мм^2/с»; «точка кипения (100±0,5) °С».
- односторонняя граница, верхняя или нижняя, например, «массовая доля серы не более 2 %»; «концентрация свинца не более 3,0 г/л»; «растворимость битума не менее 99 %».

Одностороннюю границу назначают, если существует другая предполагаемая граница, которая практически приводит к ситуации с двусторонней границей, что и имеет место в большинстве случаев. Это демонстрируют приведенные выше примеры, в которых другой предполагаемой границей являются 0 %, 0 г/л и 100 % соответственно.

В случае истинной односторонней границы, например, для «температуры вспышки не менее 60 °С», приведенные ниже соображения не применимы. В этом и последующих разделах A_1 обозначает верхнюю границу, а A_2 обозначает нижнюю.

При назначении граничных значений в спецификации следует принимать в расчет воспроизводимость того метода испытаний, который допущен для проверки соответствия требованиям данной спецификации, по следующим правилам:

- в случае двусторонних границ (A_1 и A_2) специально обозначенное поле допуска (установленное или предполагаемое) не должно быть меньше четырехкратного значения воспроизводимости допущенного к испытаниям метода R, т. е.

$$(A_1 - A_2) \geq 4R ;$$

- в случае односторонних границ (A_1 или A_2) специально обозначенное поле допуска не должно быть меньше удвоенного значения воспроизводимости допущенного к испытаниям метода R, т. е.

$$A_1 \geq 2R \text{ или } A_2 \geq 2R .$$

Требования настоящего стандарта распространяются на спецификации, составленные в соответствии с указанными правилами.

Если по практическим причинам ширина поля допуска ($A_1 - A_2$) оказывается меньше $4R$, результаты испытаний будут иметь сомнительную ценность при решении вопроса, удовлетворяет ли требованиям спецификации испытанная проба или нет. Из соображений статистики желательно, чтобы ($A_1 - A_2$) было существенно больше $4R$. Если это условие не выполняется, то следует принять один или оба способа действия:

а) граничные значения, установленные в спецификации, следует изучить с целью определения возможности расширить границы поля допуска и за счет этого привести их в соответствие с требованиями к прецизионности метода испытаний;

б) провести исследование метода испытаний с целью определения возможности улучшить показатели прецизионности метода. Цель исследования состоит в том, чтобы привести в соответствие прецизионность метода испытаний и протяженность поля допуска, установленную в спецификации.

8 Контроль качества продукции на соответствие требованиям спецификаций

Контроль качества продукции на соответствие требованиям спецификаций позволяет поставщику и получателю принять решение о соответствии качества продукта требованиям спецификации при наличии одного результата испытаний. Если после изучения этого результата у получателя возникнет необходимость принимать какие-либо действия, то рекомендуется процедура, изложенная в разделе 9.

8.1 Граничные значения результатов испытаний у поставщика

Поставщик, не имеющий другой информации об истинном значении определяемой характеристики, кроме отдельного результата испытаний, с 95 %-ной доверительной вероятностью может быть уверен, что продукт соответствует требованиям спецификации, если результат испытаний X такой, что:

в случае односторонней верхней границы A_1

$$X \leq A_1 - 0{,}59\,R; \qquad (27)$$

в случае односторонней нижней границы A_2

$$X \geq A_2 + 0{,}59\,R; \qquad (28)$$

в случае двусторонней границы (A_1 и A_2) требуется соблюдение обоих условий (6.1.2).

Применение формул (27) и (28) следует интерпретировать как руководство для поставщика, а не как его обязательство. Факт нахождения сообщенного значения в области между установленным в спецификации значением и граничным значением, установленным в соответствии с формулами (27) и/или (28), не является доказательством отсутствия соответствия требованиям спецификации.

8.2 Граничные значения результатов испытаний у получателя

Получатель, не имеющий другой информации об истинном значении определяемой характеристики, кроме отдельного результата испытаний, с 95 %-ной доверительной вероятностью может быть уверен, что продукт не соответствует требованиям спецификации при условии, что результат испытаний X такой, что:

в случае односторонней верхней границы A_1

$$X > A_1 + 0{,}59R; \tag{29}$$

в случае односторонней нижней границы A_2

$$X < A_2 - 0{,}59R. \tag{30}$$

В случае двусторонней границы (A_1 и A_2) требуется выполнение любого из указанных условий.

9 Правила принятия или отклонения результатов испытаний в случае возникновения спора

Если поставщик и получатель не могут прийти к соглашению о качестве продукта на основе полученных ими результатов испытаний, следует выполнить следующую процедуру.

9.1 Каждая лаборатория должна отвергнуть свои первоначальные результаты, и им следует получить не менее трех других приемлемых результатов на своей собственной контрольной пробе таким образом, чтобы обеспечить выполнение данной работы в условиях повторяемости (сходимости). Затем следует вычислить среднее значение полноценных, приемлемых результатов в каждой лаборатории, отбрасывая при этом выпадающие результаты так, как указано в 6.1.1. Если новые испытания не позволяют разрешить спор, продолжают выполнять процедуру разрешения спора.

Пусть

$\overline{X}_S$ — среднее значение результатов, полученных поставщиком;

$\overline{X}_R$ — среднее значение результатов, полученных получателем;

A_1 — верхняя граница по спецификации;

A_2 — нижняя граница по спецификации;

где $\overline{X}_S \le A_1 < \overline{X}_R$;

$\overline{X}_S \ge A_2 > \overline{X}_R$.

Это означает, что средние значения $\overline{X}_S$ и $\overline{X}_R$ следовало бы сравнить с верхней и нижней границей по спецификации A_1 и A_2 так, как указано ниже.

9.1.1 Если $\frac{\overline{X}_S+\overline{X}_R}{2} \le A_1$ или $\ge A_2$,

продукт принимают при условии, что $\left|\overline{X}_S - \overline{X}_R\right| \le 0{,}84\,R_2$ (расчет величины R_2 изложен в 6.2.1), спор возможен при условии, что $\left|\overline{x}_S - \overline{x}_R\right| > 0{,}84\,R_2$.

В последнем случае невозможно с уверенностью установить, соответствует ли продукт требованиям спецификации или нет. Поэтому разрешение спора возможно только путем переговоров. **(Поправка).**

9.1.2 Если $\frac{\overline{X}_S + \overline{X}_R}{2} > A_1$ или $< A_2$,

спор продолжают вне зависимости от величины разности $\overline{X}_S - \overline{X}_R$.

9.2 В случае продолжения спора двум лабораториям необходимо вступить в контакт друг с другом и сравнить процедуры выполнения испытаний и аппаратуру. Вслед за этими исследованиями обе лаборатории должны провести испытания каждая на своей контрольной пробе с целью установления взаимного соответствия. В каждой лаборатории вычисляют среднее значение, по крайней мере, из трех приемлемых результатов. Эти средние значения сравнивают так, как указано в 9.1.

9.3 Если разногласия остаются, следует пригласить третью лабораторию (нейтральную, экспертную или по соглашению сторон) для проведения испытаний, используя третью контрольную пробу. Допустим, что $\overline{X}_E$ — среднее значение из трех или более приемлемых результатов, полученных третьей лабораторией. Если разность наиболее удаленного среднего значения, принадлежащего одной из лабораторий, и среднего, образованным из средних значений, принадлежащих двум другим оставшимся лабораториям, меньше или равна R_3 (расчет этой величины изложен в 6.2.1), то следует выполнить следующую процедуру:

если $\frac{\overline{X}_S + \overline{X}_R + \overline{X}_E}{3} \le A_1$ или $\ge A_2$, продукт принимают;

если $\frac{\overline{X}_S + \overline{X}_R + \overline{X}_E}{3} > A_1$ или $< A_2$, продукт бракуют.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.4 Если разность наиболее удаленного среднего, принадлежащего одной из лабораторий, и среднего, образованного из средних значений, принадлежащих двум другим лабораториям, больше R_3, то следует выполнить следующую процедуру:

если $\overline{X} \le A_1$ или $\ge A_2$, продукт принимают;

если $\overline{X} > A_1$ или $< A_2$, продукт бракуют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Определение числа необходимых проб

L = число лабораторий-участников

$$P = \frac{\text{компонента дисперсии по взаимодействию}}{\text{компонента дисперсии по дублям}}$$

$$Q = \frac{\text{межлабораторная компонента дисперсии}}{\text{компонента дисперсии по дублям}}$$

$L = 5$										
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	4									
	1	5									
	2	6	11								
	3	6	9								
	4	7	8	16							
	5	7	8	12							
	6	7	8	11	19						
	7	7	8	10	15						
	8	7	8	9	13						
	9	7	8	9	11	17					

$L = 6$										
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	3									
	1	4	11								
	2	5	7								
	3	5	7	14							
	4	5	6	10							
	5	6	6	8	15						
	6	6	6	8	11						
	7	6	6	7	10	15					
	8	6	6	7	9	12					
	9	6	6	7	8	10	15				

$L = 7$										
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	3									
	1	4	7								
	2	4	6	17							
	3	4	5	9							
	4	5	5	7	13						
	5	5	5	6	9	19					
	6	5	5	6	8	12					
	7	5	5	6	7	10	15				
	8	5	5	6	7	8	12	20			
	9	5	5	6	6	8	10	14			

Продолжение

$L = 8$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	3									
	1	3	5								
	2	4	5	9							
	3	4	5	7	14						
	4	4	4	6	9	20					
	5	4	4	5	7	11					
	6	4	4	5	6	8	13				
	7	4	4	5	6	7	10	16			
	8	4	5	5	6	6	8	11	18		
	9	4	5	5	5	6	7	9	13		

$L = 9$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2									
	1	3	4								
	2	3	4	7							
	3	3	4	5	9						
	4	4	4	5	6	11					
	5	4	4	5	6	7	12				
	6	4	4	4	5	6	9	14			
	7	4	4	4	5	6	7	10	15		
	8	4	4	4	5	5	6	8	10	16	
	9	4	4	4	5	5	6	7	8	11	18

$L = 10$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	8								
	1	3	4	11							
	2	3	4	5	12						
	3	3	3	4	6	13					
	4	3	4	4	5	7	14				
	5	3	4	4	5	6	8	14			
	6	3	4	4	4	5	6	9	14		
	7	3	4	4	4	5	6	7	9	14	
	8	3	4	4	4	5	5	6	7	10	14
	9	4	4	4	4	4	5	6	6	8	10

$L = 11$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	4								
	1	2	3	5							
	2	3	3	3	7						
	3	3	3	4	5	8					
	4	3	3	4	4	6	8	18			
	5	3	3	4	4	5	6	9	15		
	6	3	3	3	4	4	5	6	9	14	
	7	3	3	3	4	4	5	5	7	9	13
	8	3	3	3	4	4	4	5	6	7	9
	9	3	3	3	4	4	4	5	5	6	7

$L = 12$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	4								
	1	2	3	5							
	2	2	3	4	6	14					
	3	3	3	3	4	6	11				
	4	3	3	3	4	5	6	9			
	5	3	3	3	4	4	5	6	9	16	
	6	3	3	3	3	4	4	5	6	9	13
	7	3	3	3	3	4	4	5	5	6	8
	8	3	3	3	3	4	4	4	5	5	6
	9	3	3	3	3	3	4	4	4	5	6

$L = 13$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	3								
	1	2	3	4	12						
	2	2	3	3	4	8					
	3	2	3	3	4	5	7	14			
	4	3	3	3	3	4	5	7	10		
	5	3	3	3	3	4	4	5	6	9	15
	6	3	3	3	3	3	4	4	5	6	8
	7	3	3	3	3	3	4	4	4	5	6
	8	3	3	3	3	3	3	4	4	5	5
	9	3	3	3	3	3	3	4	4	4	5

$L = 14$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	3								
	1	2	2	3	7						
	2	2	2	3	4	6	12				
	3	2	2	3	3	4	5	8	18		
	4	2	3	3	3	3	4	5	7	11	
	5	2	3	3	3	3	4	4	5	6	8
	6	3	3	3	3	3	3	4	4	5	6
	7	3	3	3	3	3	3	3	4	4	5
	8	3	3	3	3	3	3	3	4	4	4
	9	3	3	3	3	3	3	3	3	4	4

$L = 15$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	2	2	13							
	1	2	2	3	5	19					
	2	2	2	3	3	4	7				
	3	2	2	3	3	3	4	6	9		
	4	2	2	3	3	3	4	4	5	7	10
	5	2	2	3	3	3	3	4	4	5	6
	6	2	2	3	3	3	3	3	4	4	5
	7	2	2	3	3	3	3	3	3	4	4
	8	2	2	3	3	3	3	3	3	3	4
	9	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3

$L = 16$											
	Q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P:	0	1	2	5							
	1	2	2	3	4	8					
	2	2	2	2	3	4	5	9			
	3	2	2	2	3	3	4	4	6	9	
	4	2	2	2	3	3	3	4	4	5	6
	5	2	2	2	3	3	3	3	4	4	5
	6	2	2	2	2	3	3	3	3	4	4
	7	2	2	2	2	3	3	3	3	3	4
	8	2	2	2	2	3	3	3	3	3	3
	9	2	2	2	2	3	3	3	3	3	3

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Формулы для расчета необходимого числа проб (см. 3.1.4)

Результаты испытаний, полученные при выполнении пилотной программы, подвергают дисперсионному анализу. В итоге получают грубые оценки трех компонент дисперсии, а именно:

σ_0^2 — для повторных испытаний;

σ_1^2 — для взаимодействия «лаборатория×проба»;

σ_2^2 — для лабораторий.

После подстановки L, P и Q в формулу (15) (см. 5.2.3.2) для расчета степеней свободы для условий воспроизводимости формула принимает вид

$$\frac{(1+P+Q)^2}{\nu} = \frac{\left[\left(\frac{1}{2}+P\right)/S+Q\right]^2}{(L-1)} + \frac{(S-1)\left(\frac{1}{2}+P\right)^2}{S^2(L-1)} + \frac{1}{4LS}, \qquad (Б.1)$$

где P — отношение σ_1^2/σ_0^2;

Q — отношение σ_2^2/σ_0^2;

ν — степени свободы для воспроизводимости метода;

L — число лабораторий;

S — число проб.

Формулу (Б.1) приводят к виду

$$aS + b = 0,$$

где $a = \nu Q^2 - (1 + P + Q)^2 (L - 1)$

$$b = \nu\left[\left(2Q + \frac{1}{2} + P\right)\left(\frac{1}{2} + P\right) + 0{,}25\,(L-1)/L\right].$$

Следовательно,

$$S = -\frac{b}{a} \qquad (Б.2)$$

дает значения S для данных значений L, P, Q и ν.

В таблице А.1 значения S основаны на $\nu = 30$. Для дробных значений P и Q значения S могут быть оценены с помощью квадратичной интерполяции (второго порядка) табличных значений.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(обязательное)

Виды испытаний и обозначения

Испытания подразделяют на три вида:
по критерию Кохрена,
по критерию Хокинса;
F — испытание (испытание отношения дисперсий).
В настоящем стандарте используют следующие обозначения:

S — число проб;

L — число лабораторий;

i — индекс, обозначающий порядковый номер лаборатории;

j — индекс, обозначающий порядковый номер пробы;

x — результат отдельного испытания;

a — сумма результатов, полученных при дублировании испытаний, т. е. при повторных испытаниях, выполняемых практически без перерыва;

e — разность результатов, полученных при дублировании испытаний, т. е. при повторых испытаниях, выполняемых практически без перерыва;

ν — число степеней свободы.

Форма записи результатов испытаний приведена в таблицах В.1 и В.2.

Т а б л и ц а В.1 — Результаты, полученные при дублировании испытаний в каждой из L лабораторий на S пробах, и средние значения, соответствующие этим пробам, m_j

Обозначение лаборатории	Значение для пробы			
	1	2	j	S
1	x_{111} x_{112}	x_{121} x_{122}	x_{1j1} x_{1j2}	x_{1S1} x_{1S2}
2	x_{211} x_{212}	x_{221} x_{222}	x_{2j1} x_{2j2}	x_{2S1} x_{2S2}
i	x_{i11} x_{i12}	x_{i21} x_{i22}	x_{ij1} x_{ij2}	x_{iS1} x_{iS2}
L	x_{L11} x_{L12}	x_{L21} x_{L22}	x_{Lj1} x_{Lj2}	x_{LS1} x_{LS2}
Сумма	g_1	g_2	g_j	g_s
Среднее значение	m_1	m_2	m_j	m_s
П р и м е ч а н и е — Если необходимо преобразование исходных данных типа $y = F(x)$ по 4.1, то используют символы y_{ij1} и y_{ij2} вместо x_{ij1} и x_{ij2}.				

Форма заполнения приведена в таблице В.2.

Т а б л и ц а В.2 — Суммы результатов, полученные при дублировании испытаний, итоги по лабораториям h_i и итоги по пробам g_j

Обозначение лаборатории	Значение для пробы				
	1	2	j	S	Сумма
1	a_{11}	a_{12}	a_{1j}	a_{1S}	h_1
2	a_{21}	a_{22}	a_{2j}	a_{2S}	h_2
i	a_{i1}	a_{i2}	a_{ij}	a_{iS}	h_i
L	a_{L1}	a_{L2}	a_{Lj}	a_{LS}	h_L
Сумма	g_1	g_2	g_j	g_S	T

$a_{ij} = x_{ij1} + x_{ij2}$ (или $a_{ij} = y_{ij1} + y_{ij2}$, если используют преобразование).
$e_{ij} = x_{ij1} - x_{ij2}$ (или $e_{ij} = y_{ij1} - y_{ij2}$, если используют преобразование).

$$g_j = \sum_{i=1}^{L} a_{ij}, \qquad h_i = \sum_{j=1}^{S} a_{ij},$$

$$m_j = \frac{g_j}{2L}, \qquad T = \sum_{i=1}^{L} h_i = \sum_{j=1}^{S} g_j.$$

Если в заполненной таблице отсутствуют какие-либо результаты, то делитель в выражении для m_j уменьшают соответствующим образом.

В.1 Суммы квадратов и дисперсии (4.1)

Дисперсия дублей (повторных испытаний) d_j^2 для j-й пробы

$$d_j^2 = \frac{\sum_{i=1}^{L} e_{ij}^2}{2L}, \tag{В.1}$$

где L — число степеней свободы для (повторных испытаний) дублей на j-й пробе. Если любой или оба результата в паре «лаборатория×проба» в ij-й ячейке потеряны, то соответствующий член в числителе пропускают, а коэффициент L уменьшают на единицу.

Дисперсия значений, средних по ячейкам C_j^2, для j-й пробы равна

$$C_j^2 = \left[\sum_{i-1}^{L} \frac{a_{ij}^2}{n_{ij}} - \frac{g_j^2}{S_j}\right] / (L - 1). \tag{В.2}$$

Лабораторная дисперсия D_j^2 для j-й пробы, т. е. дисперсия результатов, которые приписывают отдельной лаборатории, для j-й пробы равна

$$D_j^2 = \frac{1}{K_j}\left[C_j^2 + (K_j - 1)\, d_j^2\right], \tag{В.3}$$

$$\text{где } K_j = \left(S_j^2 - \sum_{i-1}^{L} n_{ij}^2\right) / \left[S_j (L - 1)\right], \tag{В.4}$$

n_{ij} — число результатов, полученных i-й лабораторией на j-й пробе;
S_j — общее число результатов, полученных на j-й пробе;
L — число ячеек для j-й пробы, содержащих, по крайней мере, один результат.

Число степеней свободы лабораторной дисперсии для j-й пробы приближенно определяют с помощью выражения [6]

$$\nu_j = \frac{[K_j D_j^2]^2}{\dfrac{[C_j^2]^2}{(L-1)} + \dfrac{[(K_j - 1) d_j^2]^2}{L}}. \qquad \text{(В.5)}$$

ν_j округляют до ближайшего целого числа.

Если любой или оба результата в паре для *ij*-й ячейки потеряны, то коэффициент L уменьшают на единицу.

Если оба результата в паре для *ij*-й ячейки потеряны, то коэффициент $(L - 1)$ уменьшают на единицу.

В.2 Испытание по критерию Кохрена

Наибольшая сумма квадратов SS_k, плохо согласующаяся с серией из n взаимно независимых сумм квадратов, каждая из которых основана на ν степенях свободы, может быть испытана на однородность согласно выражению

$$\text{Критерий Кохрена} = \frac{SS_k}{\sum_{i=1}^{n} SS_i}. \qquad \text{(В.6)}$$

Экспериментальное значение полученного отношения не изменится, если суммы квадратов заменяют средними квадратами (оценками дисперсии). Если вычисленное значение отношения превосходит критическое значение, приведенное в таблице Г.3, то сумма квадратов SS_k значимо превосходит другие суммы с доверительной вероятностью 99 %. Примеры использования SS_i относятся к значениям e_{ij}^2 и d_j^2 по формуле (В.1).

В.3 Испытание по критерию Хокинса

В.3.1 Экстремальное значение в серии данных может быть испытано как аномальное (выпадающее) сравнением его отклонения от среднего значения серии данных, деленного на квадратный корень из суммы квадратов всех таких отклонений, т. е. статистика для испытания имеет форму отношения. Дополнительную информацию об изменчивости можно обеспечить, включая в расчеты независимые суммы квадратов. Они будут основаны на ν степенях свободы и будут иметь ту же дисперсию генеральной совокупности, что и дисперсия серии данных, о которых идет речь.

В таблице В.3 приведены обозначения, которые требуются для применения испытания по критерию Хокинса к отдельным пробам.

Таблица В.3

Наименование параметра	Значения для пробы			
	1	2	*j*	*S*
Число ячеек	n_1	n_2	n_j	n_s
Среднее значение по пробе	m_1	m_2	m_j	m_s
Сумма квадратов	SS_1	SS_2	SS_j	SS_s

Обозначения:

n_j — число ячеек по *j*-й пробе, которые содержат не менее одного незабракованного результата;

m_j — среднее значение по *j*-й пробе;

SS_j — сумма квадратов отклонений средних значений по ячейкам a_{ij}/n_{ij} относительно среднего значения по пробе m_j, выраженная формулой $SS_j = (L - 1)\ C_j^2$. (см. приложение В.1)

Выражение $(L - 1)$ представляет число степеней свободы дисперсии средних значений по ячейкам. Значение $(L - 1)$ следует уменьшать на единицу для каждой ячейки по *j*-й пробе, которая не содержит результат испытания.

Процедура испытания состоит в следующем:

а) определяют пробу k и среднее значение по ячейке a_{ik}/n_{ik}, которое имеет наибольшее экстремальное абсолютное отклонение $|m_k - a_{ik} / n_{ik}|$. Опознанная таким образом ячейка становится кандидатом в испытании на выявление аномального значения независимо от того, является ли отклонение самым большим или самым малым;

б) рассчитывают общую сумму квадратов отклонений

$$SS = \sum_{j=1}^{S} SS_j ; \qquad (B.7)$$

в) рассчитывают экспериментальное значение отношения

$$B^* = \frac{|m_k - a_{ik} / n_{ik}|}{\sqrt{SS}}; \qquad (B.8)$$

г) сравнивают экспериментальное значение отношения с критическим значением из таблицы Г.4 в приложении Г для $n = n_k$ и числа степеней свободы ν, дополнительного к n_k,

$$\nu = \sum_{j=1}^{S} (n_j - 1), \; j \neq k ; \qquad (B.9)$$

д) если B^* превышает критическое значение, то отбрасывают результаты, принадлежащие рассматриваемой ячейке (проба k, лаборатория i). Затем значения n_k, m_k и SS_k пересчитывают соответствующим образом и процедуру испытания повторяют, начиная с перечисления а).

Примечание — Теоретически испытание по Хокинсу применяют для обнаружения только одной выпадающей лаборатории по какой-либо пробе. Методика повторных испытаний для единичного аномального результата, начиная с максимального отклонения от среднего по пробе, подразумевает, что критические значения в таблице Г.4 не будут точно соответствовать 1 %-ному уровню значимости. Тем не менее, как было показано Хокинсом, если $n \geq 5$ и общее число степеней свободы $(n + \nu)$ превышает 20, то этот эффект становится пренебрежимо малым, так как выявляются эффекты маскировки (один аномальный результат скрывает другой) и «завала» (отбрасывание одного аномального результата ведет к отбрасыванию других).

В.3.2 Если испытание применяют к лабораториям, результаты которых усреднены по всем пробам, таблицу В.3 сокращают до одной колонки, содержащей

n = число лабораторий = L;

m = общее среднее = T/N,

где N — общее число результатов в таблице;

SS = сумма квадратов отклонений лабораторных средних от общего среднего, выражают формулой

$$SS = \sum_{i=1}^{L} \left(\frac{h_i}{n_i} - m\right)^2 , \qquad (B.10)$$

где n_i — число результатов в i-й лаборатории.

Таким образом, с помощью такой процедуры определяют лабораторное среднее h_i/n_i, которое больше всего отличается от общего среднего m. В этом случае соответствующее отношение для испытания принимает вид

$$B^* = \frac{|m - h_i / n_i|}{\sqrt{SS}}. \qquad (B.11)$$

Как указано выше, экспериментальное значение следует сравнить с критическим значением из таблицы Г.4, причем в этом случае дополнительные числа степеней свободы $\nu' = 0$. Если лабораторию отбрасывают как выпадающую, то значения n, m и SS пересчитывают соответствующим образом и повторяют вычисления.

В.4 Испытание отношения дисперсий (F-испытание)

Оценку дисперсии V_1, основанную на ν_1 степенях свободы, можно сравнивать со второй оценкой V_2, основанной на ν_2 степенях свободы, путем вычисления отношения

$$F = \frac{V_1}{V_2}. \qquad (B.12)$$

Если экспериментальное значение отношения превышает соответствующее критическое значение, приведенное в таблицах Г.6.1 — Г.6.4, где ν_1 относится к числителю (к наибольшей из оценок дисперсии), а ν_2 относится к знаменателю, то V_1 значительно превышает V_2 на выбранном уровне значимости.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

Примеры представления результатов испытаний по определению бромного числа и статистические таблицы

В таблицах Г.1 и Г.2 представлены примеры представления результатов испытаний по определению бромного числа.

В таблицах Г.3 — Г.7 представлены критические значения, используемые при обработке результатов измерений.

Таблица Г.1 — Бромное число для низкокипящих проб

Обозначение лаборатории	Бромное число для пробы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A	1,9 2,1	64,5 65,5	0,80 0,78	3,7 3,8	11,0 11,1	46,1 46,5	114,8 114,2	1,2 1,2
B	1,7 1,8	65,4 66,0	0,69 0,72	3,7 3,7	11,1 11,0	50,3 49,9	114,5 114,3	1,2 1,2
C	1,8 1,8	63,5 63,8	0,76 0,76	3,5 3,5	10,4 10,5	48,5 48,2	112,4 112,7	1,3 1,3
D	4,1 4,0	63,6 63,9	0,80 0,80	4,0 3,9	10,8 10,8	49,6 49,9	108,8 108,2	1,0 1,1
E	2,1 1,8	63,9 63,7	0,83 0,83	3,7 3,7	10,9 11,1	47,4 47,6	115,6 115,1	1,3 1,4
F	1,8 1,7	70,7 69,7	0,72 0,64	3,4 3,6	11,5 11,2	49,1 47,9	121,0 117,9	1,4 1,4
G	1,9 2,2	63,8 63,6	0,77 0,59	3,5 3,5	10,6 10,6	46,1 45,5	114,1 112,8	1,1 0,93
H	2,0 1,8	66,5 65,5	0,78 0,71	3,2 3,5	10,7 10,7	49,6 48,5	114,8 114,5	1,1 1,0
J	2,1 2,1	68,2 65,3	0,81 0,81	4,0 3,7	11,1 11,1	49,1 47,9	115,7 113,9	1,4 1,4

Таблица Г.2 — Кубический корень из бромного числа для низкокипящих проб

Обозначение лаборатории	Значение для пробы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
A	1,239 1,281	4,010 4,031	0,928 0,921	1,547 1,560	2,224 2,231	3,586 3,596	4,860 4,852	1,063 1,063
B	1,193 1,216	4,029 4,041	0,884 0,896	1,547 1,547	2,231 2,224	3,691 3,682	4,856 4,853	1,063 1,063
C	1,216 1,216	3,990 3,996	0,913 0,913	1,518 1,518	2,183 2,190	3,647 3,639	4,826 4,830	1,091 1,091
D	1,601 1,587	3,992 3,998	0,928 0,928	1,587 1,574	2,210 2,210	3,674 3,682	4,774 4,765	1,000 1,032
E	1,281 1,216	3,998 3,994	0,940 0,940	1,547 1,547	2,217 2,231	3,619 3,624	4,871 4,864	1,091 1,119

Окончание таблицы Г.2

Обозначение лаборатории	Значение для пробы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
F	1,216 1,193	4,135 4,115	0,896 0,862	1,504 1,533	2,257 2,237	3,662 3,632	4,946 4,903	1,119 1,119
G	1,239 1,301	3,996 3,992	0,917 0,839	1,518 1,518	2,197 2,197	3,586 3,570	4,850 4,832	1,032 0,976
H	1,260 1,216	4,051 4,031	0,921 0,892	1,474 1,518	2,204 2,204	3,674 3,647	4,860 4,856	1,032 1,000
J	1,281 1,281	4,086 4,027	0,932 0,932	1,587 1,547	2,231 2,231	3,662 3,632	4,873 4,847	1,119 1,119

Т а б л и ц а Г.3 — Критические значения критерия Кохрена для 1 %-ного уровня значимости для n оценок дисперсий и ν степеней свободы

n	Критическое значение критерия Кохрена при числе степеней свободы ν									
	1	2	3	4	5	10	15	20	30	50
3	0,9933	0,9423	0,8831	0,8335	0,7933	0,6743	0,6145	0,5775	0,5327	0,4872
4	0,9676	0,8643	0,7814	0,7212	0,6761	0,5536	0,4964	0,4620	0,4213	0,3808
5	0,9279	0,7885	0,6957	0,6329	0,5875	0,4697	0,4168	0,3855	0,3489	0,3131
6	0,8828	0,7218	0,6258	0,5635	0,5195	0,4084	0,3597	0,3312	0,2982	0,2661
7	0,8376	0,6644	0,5685	0,5080	0,4659	0,3616	0,3167	0,2907	0,2606	0,2316
8	0,7945	0,6152	0,5209	0,4627	0,4227	0,3248	0,2832	0,2592	0,2316	0,2052
9	0,7544	0,5727	0,4810	0,4251	0,3870	0,2950	0,2563	0,2340	0,2086	0,1842
10	0,7175	0,5358	0,4469	0,3934	0,3572	0,2704	0,2342	0,2135	0,1898	0,1673
11	0,6837	0,5036	0,4175	0,3663	0,3318	0,2497	0,2157	0,1963	0,1742	0,1532
12	0,6528	0,4751	0,3919	0,3428	0,3099	0,2321	0,2000	0,1818	0,1611	0,1414
13	0,6245	0,4498	0,3695	0,3223	0,2909	0,2169	0,1865	0,1693	0,1498	0,1313
14	0,5985	0,4272	0,3495	0,3043	0,2741	0,2036	0,1748	0,1585	0,1400	0,1226
15	0,5747	0,4069	0,3318	0,2882	0,2593	0,1919	0,1645	0,1490	0,1315	0,1150
20	0,4799	0,3297	0,2654	0,2288	0,2048	0,1496	0,1274	0,1150	0,1010	0,0879
25	0,4130	0,2782	0,2220	0,1904	0,1699	0,1230	0,1043	0,0939	0,0822	0,0713
30	0,3632	0,2412	0,1914	0,1635	0,1455	0,1046	0,0885	0,0794	0,0694	0,0600
35	0,3247	0,2134	0,1685	0,1435	0,1274	0,0912	0,0769	0,0690	0,0601	0,0519
40	0,2940	0,1916	0,1507	0,1281	0,1136	0,0809	0,0681	0,0610	0,0531	0,0457
45	0,2690	0,1740	0,1364	0,1158	0,1025	0,0727	0,0611	0,0547	0,0475	0,0409
50	0,2481	0,1596	0,1248	0,1057	0,0935	0,0661	0,0555	0,0496	0,0431	0,0370
60	0,2151	0,1371	0,1068	0,0902	0,0796	0,0561	0,0469	0,0419	0,0363	0,0311
70	0,1903	0,1204	0,0935	0,0788	0,0695	0,0487	0,0407	0,0363	0,0314	0,0269
80	0,1709	0,1075	0,0832	0,0701	0,0617	0,0431	0,0360	0,0320	0,0277	0,0236
90	0,1553	0,0972	0,0751	0,0631	0,0555	0,0387	0,0322	0,0287	0,0248	0,0211
100	0,1424	0,0888	0,0685	0,0575	0,0505	0,0351	0,0292	0,0260	0,0224	0,0191

Эти значения представляют осторожные аппроксимации, рассчитанные с помощью неравенства Бонферрони [4] как верхняя $0{,}01/n$ фрактиль бета — распределения. Промежуточные значения в колонке для n оценок дисперсии могут быть получены с помощью линейной интерполяции обратных величин табулированных значений. Промежуточные значения для степеней свободы ν могут быть получены с помощью интерполяции второго порядка (квадратической) для обратных величин табулированных значений.

Т а б л и ц а Г.4 — Критические значения, используемые для выявления аномальных результатов при испытании по Хокинсу для $\nu = (0 \div 200)$ и $n = (3 \div 50)$

n	Критическое значение при числе степеней свободы ν											
	0	5	10	15	20	30	40	50	70	100	150	200
3	0,8165	0,7240	0,6100	0,5328	0,4781	0,4049	0,3574	0,3233	0,2769	0,2340	0,1926	0,1674
4	0,8639	0,7505	0,6405	0,5644	0,5094	0,4345	0,3850	0,3492	0,3000	0,2541	0,2096	0,1824
5	0,8818	0,7573	0,6530	0,5796	0,5258	0,4510	0,4012	0,3647	0,3142	0,2668	0,2204	0,1920
6	0,8823	0,7554	0,6547	0,5869	0,5347	0,4612	0,4115	0,3749	0,3238	0,2755	0,2280	0,1988
7	0,8733	0,7493	0,6567	0,5898	0,5394	0,4676	0,4184	0,3819	0,3307	0,2819	0,2337	0,2039
8	0,8596	0,7409	0,6538	0,5901	0,5415	0,4715	0,4231	0,3869	0,3358	0,2868	0,2381	0,2079
9	0,8439	0,7314	0,6493	0,5886	0,5418	0,4738	0,4262	0,3905	0,3396	0,2906	0,2416	0,2112
10	0,8274	0,7213	0,6439	0,5861	0,5411	0,4750	0,4283	0,3930	0,3426	0,2936	0,2445	0,2139
11	0,8108	0,7111	0,6380	0,5828	0,5394	0,4753	0,4295	0,3948	0,3448	0,2961	0,2469	0,2162
12	0,7947	0,7010	0,6318	0,5790	0,5373	0,4750	0,4302	0,3960	0,3466	0,2981	0,2489	0,2181
13	0,7791	0,6910	0,6254	0,5749	0,5347	0,4742	0,4304	0,3968	0,3479	0,2997	0,2507	0,2198
14	0,7642	0,6812	0,6189	0,5706	0,5319	0,4731	0,4302	0,3972	0,3489	0,3011	0,2521	0,2212
15	0,7500	0,6717	0,6125	0,5662	0,5288	0,4717	0,4298	0,3973	0,3496	0,3021	0,2534	0,2225
16	0,7364	0,6625	0,6061	0,5617	0,5256	0,4701	0,4291	0,3972	0,3501	0,3030	0,2544	0,2236
17	0,7235	0,6535	0,5998	0,5571	0,5223	0,4683	0,4282	0,3968	0,3504	0,3037	0,2554	0,2246
18	0,7112	0,6449	0,5936	0,5526	0,5189	0,4665	0,4272	0,3964	0,3505	0,3043	0,2562	0,2254
19	0,6996	0,6365	0,5876	0,5480	0,5155	0,4645	0,4260	0,3958	0,3506	0,3047	0,2569	0,2262
20	0,6884	0,6286	0,5816	0,5436	0,5120	0,4624	0,4248	0,3951	0,3505	0,3051	0,2575	0,2269
21	0,6778	0,6209	0,5758	0,5392	0,5086	0,4603	0,4235	0,3942	0,3503	0,3053	0,2580	0,2275
22	0,6677	0,6134	0,5702	0,5348	0,5052	0,4581	0,4221	0,3934	0,3500	0,3055	0,2584	0,2280
23	0,6581	0,6062	0,5647	0,5305	0,5018	0,4559	0,4206	0,3924	0,3496	0,3056	0,2588	0,2285
24	0,6488	0,5993	0,5593	0,5263	0,4984	0,4537	0,4191	0,3914	0,3492	0,3056	0,2591	0,2289
25	0,6400	0,5925	0,5540	0,5221	0,4951	0,4515	0,4176	0,3904	0,3488	0,3056	0,2594	0,2293
26	0,6315	0,5861	0,5490	0,5180	0,4918	0,4492	0,4160	0,3893	0,3482	0,3054	0,2596	0,2296
27	0,6234	0,5798	0,5440	0,5140	0,4885	0,4470	0,4145	0,3881	0,3477	0,3053	0,2597	0,2299
28	0,6156	0,5737	0,5392	0,5101	0,4853	0,4447	0,4129	0,3870	0,3471	0,3051	0,2599	0,2302
29	0,6081	0,5678	0,5345	0,5063	0,4821	0,4425	0,4113	0,3858	0,3464	0,3049	0,2600	0,2304
30	0,6009	0,5621	0,5299	0,5025	0,4790	0,4403	0,4097	0,3846	0,3458	0,3047	0,2600	0,2306
35	0,5686	0,5361	0,5086	0,4848	0,4641	0,4294	0,4016	0,3785	0,3421	0,3031	0,2600	0,2312
40	0,5413	0,5136	0,4897	0,4688	0,4504	0,4191	0,3936	0,3722	0,3382	0,3010	0,2594	0,2314
45	0,5179	0,4939	0,4728	0,4542	0,4377	0,4094	0,3859	0,3660	0,3340	0,2987	0,2586	0,2312
50	0,4975	0,4764	0,4577	0,4410	0,4260	0,4002	0,3785	0,3600	0,3299	0,2962	0,2575	0,2308

Критические значения в таблице откорректированы до четвертого десятичного знака в диапазоне значений $n = (3 \div 30)$ и $\nu = 0$; 5; 15 и 30 [4]. Другие значения выведены с помощью неравенства Бонферрони

$$B^* = t\left[\frac{(n-1)}{n(n+\nu-2+t^2)}\right]^{\frac{1}{2}}, \qquad (Г.1)$$

где t является верхней $0{,}005/n$ фрактилью переменной t с $n + \nu - 2$ степенями свободы. Рассчитанные таким образом значения являются довольно осторожными оценками с максимальной ошибкой относительно истинного значения около 0,0002. Промежуточные значения для n и ν могут быть получены с помощью интерполяции второго порядка, использующей квадрат обратных величин табулированных значений. Подобным образом экстраполяция второго порядка может быть использована для оценки значений, превосходящих $n = 50$ и $\nu = 200$.

Т а б л и ц а Г.5 — Критические значения для *t*-критерия Стьюдента

n	Критические значения при уровне значимости при двусторонней постановке задачи, %						
	50	40	30	20	10	5	1
1	1,000	1,376	1,963	3,078	6,314	12,706	63,657
2	0,816	1,061	1,386	1,886	2,920	4,303	9,925
3	0,765	0,978	1,250	1,638	2,353	3,182	5,841
4	0,741	0,941	1,190	1,533	2,132	2,776	4,604
5	0,727	0,920	1,156	1,476	2,015	2,571	4,032
6	0,718	0,906	1,134	1,440	1,943	2,447	3,707
7	0,711	0,896	1,119	1,415	1,895	2,365	3,499
8	0,706	0,889	1,108	1,397	1,860	2,306	3,355
9	0,703	0,883	1,100	1,383	1,833	2,262	3,250
10	0,700	0,879	1,093	1,372	1,812	2,228	3,165
11	0,697	0,876	1,088	1,363	1,796	2,201	3,106
12	0,695	0,873	1,083	1,356	1,782	2,179	3,055
13	0,694	0,870	1,079	1,350	1,771	2,160	3,012
14	0,692	0,868	1,076	1,345	1,761	2,145	2,977
15	0,691	0,866	1,074	1,341	1,753	2,131	2,947
16	0,690	0,865	1,071	1,337	1,746	2,120	2,921
17	0,689	0,863	1,069	1,333	1,740	2,110	2,898
18	0,688	0,862	1,067	1,330	1,734	2,101	2,878
19	0,688	0,861	1,066	1,328	1,729	2,093	2,861
20	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,845
21	0,686	0,859	1,063	1,323	1,721	2,080	2,831
22	0,686	0,858	1,061	1,321	1,717	2,074	2,819
23	0,685	0,858	1,060	1,319	1,714	2,069	2,807
24	0,685	0,857	1,059	1,318	1,711	2,064	2,797
25	0,684	0,856	1,058	1,316	1,708	2,060	2,787
26	0,684	0,856	1,058	1,315	1,706	2,056	2,779
27	0,684	0,855	1,057	1,314	1,703	2,052	2,771
28	0,683	0,855	1,056	1,313	1,701	2,048	2,763
29	0,683	0,854	1,055	1,311	1,699	2,045	2,756
30	0,683	0,854	1,055	1,310	1,697	2,042	2,750
40	0,681	0,851	1,050	1,303	1,684	2,021	2,704
50	0,680	0,849	1,048	1,299	1,676	2,008	2,678
60	0,679	0,848	1,046	1,296	1,671	2,000	2,660
120	0,677	0,845	1,041	1,289	1,658	1,980	2,617
∞	0,674	0,842	1,036	1,282	1,645	1,960	2,576

Таблица Г.6.1 — Критические значения для *F*-критерия Фишера на 5 %-ном уровне значимости

ν_2	ν_1															
	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	50	100	200	500	∞
3	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,70	8,66	8,62	8,58	8,55	8,54	8,53	8,53
4	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,86	5,80	5,75	5,70	5,66	5,65	5,64	5,63
5	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,62	4,56	4,50	4,44	4,41	4,39	4,37	4,37
6	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	3,94	3,87	3,81	3,75	3,71	3,69	3,68	3,67
7	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,51	3,44	3,38	3,32	3,27	3,25	3,24	3,23
8	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,22	3,15	3,08	3,02	2,97	2,95	2,94	2,93
9	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,01	2,94	2,86	2,80	2,76	2,73	2,72	2,71
10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,85	2,77	2,70	2,64	2,59	2,56	2,55	2,54
15	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,40	2,33	2,25	2,18	2,12	2,10	2,08	2,07
20	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,20	2,12	2,04	1,97	1,91	1,88	1,86	1,84
30	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,01	1,93	1,84	1,76	1,70	1,66	1,64	1,62
50	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,03	1,87	1,78	1,69	1,60	1,52	1,48	1,46	1,44
100	2,70	2,46	2,31	2,19	2,10	2,03	1,97	1,93	1,77	1,68	1,57	1,48	1,39	1,34	1,31	1,28
200	2,65	2,42	2,26	2,14	2,06	1,98	1,93	1,88	1,72	1,62	1,52	1,41	1,32	1,26	1,22	1,19
500	2,62	2,39	2,23	2,12	2,03	1,96	1,90	1,85	1,69	1,59	1,48	1,38	1,28	1,21	1,16	1,11
∞	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,67	1,57	1,46	1,35	1,24	1,17	1,11	1,00

Таблица Г.6.2 — Критические значения для *F*-критерия Фишера на 1 %-ном уровне значимости

ν_2	ν_1															
	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	50	100	200	500	∞
3	29,5	28,7	28,2	27,9	27,7	27,5	27,3	27,2	26,9	26,7	26,5	26,4	26,2	26,2	26,1	26,1
4	16,7	16,0	15,5	15,2	15,0	14,8	14,7	14,5	14,2	14,0	13,8	13,7	13,6	13,5	13,5	13,5
5	12,1	11,4	11,0	10,7	10,5	10,3	10,2	10,1	9,72	9,55	9,38	9,24	9,13	9,08	9,04	9,02
6	9,78	9,15	8,75	8,47	8,26	8,10	7,98	7,87	7,56	7,40	7,23	7,09	6,99	6,93	6,90	6,88
7	8,45	7,85	7,46	7,19	6,99	6,84	6,72	6,62	6,31	6,16	5,99	5,86	5,75	5,70	5,67	5,65
8	7,59	7,01	6,63	6,37	6,18	6,03	5,91	5,81	5,52	5,36	5,20	5,07	4,96	4,91	4,88	4,86
9	6,99	6,42	6,06	5,80	5,61	5,47	5,35	5,26	4,96	4,81	4,65	4,52	4,42	4,36	4,33	4,31
10	6,55	5,99	5,64	5,39	5,20	5,06	4,94	4,85	4,56	4,41	4,25	4,12	4,01	3,96	3,93	3,91
15	5,42	4,89	4,56	4,32	4,14	4,00	3,89	3,80	3,52	3,37	3,21	3,08	2,98	2,92	2,89	2,87
20	4,94	4,43	4,10	3,87	3,70	3,56	3,46	3,37	3,09	2,94	2,78	2,64	2,54	2,48	2,44	2,42
30	4,51	4,02	3,70	3,47	3,30	3,17	3,07	2,98	2,70	2,55	2,39	2,25	2,13	2,07	2,03	2,01
50	4,20	3,72	3,41	3,19	3,02	2,89	2,79	2,70	2,42	2,27	2,10	1,95	1,82	1,76	1,71	1,68
100	3,98	3,51	3,21	2,99	2,82	2,69	2,59	2,50	2,22	2,07	1,89	1,73	1,60	1,52	1,47	1,43
200	3,88	3,41	3,11	2,89	2,73	2,60	2,50	2,41	2,13	1,97	1,79	1,63	1,48	1,39	1,33	1,28
500	3,82	3,36	3,05	2,84	2,68	2,55	2,44	2,36	2,07	1,92	1,74	1,56	1,41	1,31	1,23	1,16
∞	3,78	3,32	3,02	2,80	2,64	2,51	2,41	2,32	2,04	1,88	1,70	1,52	1,36	1,25	1,15	1,00

Примечание — Источником для таблиц Г.6.1 — Г.6.4 является [9].

Т а б л и ц а Г.6.3 — Критические значения для *F*-критерия Фишера на 0,1 %-ном уровне значимости

ν_2	ν_1															
	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	50	100	200	500	∞
3	141	137	135	133	132	131	130	129	127	126	125	125	124	124	124	124
4	56,2	53,4	51,7	50,5	49,7	49,0	48,5	48,0	46,8	46,1	45,4	44,9	44,5	44,3	44,1	44,0
5	33,2	31,1	29,8	28,8	28,2	27,6	27,2	26,9	25,9	25,4	24,9	24,4	24,1	23,9	23,8	23,8
6	23,7	21,9	20,8	20,0	19,5	19,0	18,7	18,4	17,6	17,1	16,7	16,3	16,0	15,9	15,8	15,8
7	18,8	17,2	16,2	15,5	15,0	14,6	14,3	14,1	13,3	12,9	12,5	12,2	11,9	11,8	11,7	11,7
8	15,8	14,4	13,5	12,9	12,4	12,0	11,8	11,5	10,8	10,5	10,1	9,80	9,57	9,46	9,39	9,34
9	13,9	12,6	11,7	11,1	10,7	10,4	10,1	9,89	9,24	8,90	8,55	8,26	8,04	7,93	7,86	7,81
10	12,6	11,3	10,5	9,92	9,52	9,20	8,96	8,75	8,13	7,80	7,47	7,19	6,98	6,87	6,81	6,76
15	9,34	8,25	7,57	7,09	6,74	6,47	6,26	6,08	5,53	5,25	4,95	4,70	4,51	4,41	4,35	4,31
20	8,10	7,10	6,46	6,02	5,69	5,44	5,24	5,08	4,56	4,29	4,01	3,77	3,58	3,48	3,42	3,38
30	7,05	6,12	5,53	5,12	4,82	4,58	4,39	4,24	3,75	3,49	3,22	2,98	2,79	2,69	2,63	2,59
50	6,34	5,46	4,90	4,51	4,22	4,00	3,82	3,67	3,20	2,95	2,68	2,44	2,24	2,14	2,07	2,03
100	5,85	5,01	4,48	4,11	3,83	3,61	3,44	3,30	2,84	2,59	2,32	2,07	1,87	1,75	1,68	1,62
200	5,64	4,81	4,29	3,92	3,65	3,43	3,26	3,12	2,67	2,42	2,15	1,90	1,68	1,55	1,46	1,39
500	5,51	4,69	4,18	3,82	3,54	3,33	3,16	3,02	2,58	2,33	2,05	1,80	1,57	1,43	1,32	1,23
∞	5,42	4,62	4,10	3,74	3,47	3,27	3,10	2,96	2,51	2,27	1,99	1,73	1,49	1,34	1,21	1,00

Т а б л и ц а Г.6.4 — Критические значения для *F*-критерия Фишера на 0,05 %-ном уровне значимости

ν_2	ν_1															
	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	50	100	200	500	∞
3	225	218	214	211	209	208	207	206	203	201	199	198	197	197	196	196
4	80,1	76,1	73,6	71,9	70,6	69,7	68,9	68,3	66,5	65,5	64,6	63,8	63,2	62,9	62,7	62,6
5	44,4	41,5	39,7	38,5	37,6	36,9	36,4	35,9	34,6	33,9	33,1	32,5	32,1	31,8	31,7	31,6
6	30,4	28,1	26,6	25,6	24,9	24,3	23,9	23,5	22,4	21,9	21,4	20,9	20,5	20,1	20,2	20,1
7	23,5	21,4	20,2	19,3	18,7	18,2	17,8	17,5	16,5	16,0	15,5	15,1	14,7	14,6	14,5	14,4
8	19,4	17,6	16,4	15,7	15,1	14,6	14,3	14,0	13,1	12,7	12,2	11,8	11,6	11,4	11,4	11,3
9	16,8	15,1	14,1	13,3	12,8	12,4	12,1	11,8	11,0	10,6	10,2	9,80	9,53	9,40	9,32	9,26
10	15,0	13,4	12,4	11,8	11,3	10,9	10,6	10,3	9,56	9,16	8,75	8,42	8,16	8,04	7,96	7,90
15	10,8	9,48	8,66	8,10	7,68	7,36	7,11	6,91	6,27	5,93	5,58	5,29	5,06	4,94	4,87	4,83
20	9,20	8,02	7,28	6,76	6,38	6,08	5,85	5,66	5,07	4,75	4,42	4,15	3,93	3,82	3,75	3,70
30	7,90	6,82	6,14	5,66	5,31	5,04	4,82	4,65	4,10	3,80	3,48	3,22	3,00	2,89	2,82	2,78
50	7,01	6,01	5,37	4,93	4,60	4,34	4,14	3,98	3,45	3,16	2,86	2,59	2,37	2,25	2,17	2,13
100	6,43	5,47	4,87	4,44	4,13	3,89	3,70	3,54	3,03	2,75	2,44	2,18	1,95	1,82	1,74	1,67
200	6,16	5,23	4,64	4,23	3,92	3,68	3,49	3,34	2,83	2,56	2,25	1,98	1,74	1,60	1,50	1,42
500	6,01	5,09	4,51	4,10	3,80	3,56	3,36	3,21	2,72	2,45	2,14	1,87	1,61	1,46	1,34	1,24
∞	5,91	5,00	4,42	4,02	3,72	3,48	3,30	3,14	2,65	2,37	2,07	1,79	1,53	1,36	1,22	1,00

Критические значения для *F*-критерия, не вошедшие в таблицу, могут быть приближенно рассчитаны с помощью интерполяции второго порядка (квадратической) табличных значений.

Критические значения *F*-критерия, соответствующие $\nu_1 > 30$ и $\nu_2 > 30$ степеней свободы и уровню значимости 100 (1 — *P*) %, где *P* — доверительная вероятность, также могут быть приближенно рассчитаны по формуле

$$\log_{10}(F) = \frac{A(P)}{\sqrt{b - B(P)}} - C(P)\left(\frac{1}{\nu_1} - \frac{1}{\nu_2}\right), \qquad (Г.2)$$

где $$\frac{1}{b} = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{\nu_1} + \frac{1}{\nu_2}\right).$$

Значения $A(P)$, $B(P)$ и $C(P)$ для типичных значений уровня значимости $100(1 - P)$ % приведены в таблице Г.6.5.

Таблица Г.6.5

$100(1 - P)$ %	$A(P)$	$B(P)$	$C(P)$
10	1,1131	0,77	0,527
5	1,4287	0,95	0,681
2,5	1,7023	1,14	0,846
1,0	2,0206	1,40	1,073
0,5	2,2373	1,61	1,250
0,1	2,6841	2,09	1,672
0,05	2,8580	2,30	1,857

Для не вошедших в таблицу значений доверительной вероятности P критические значения F-критерия могут быть получены с помощью квадратической (второго порядка) интерполяции/экстраполяции $\log(F)$ (либо табулированных, либо оцененных по формуле) в зависимости от $\log(1 - P)$.

Критические значения ординат нормированного нормального распределения приведены в таблице Г.7.

Таблица Г.7

P	0,70	0,80	0,90	0,95	0,975	0,99	0,995
Z	0,524	0,842	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576
$2(1 - P)$	0,60	0,40	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01

Критические значения Z, соответствующие доверительной вероятности P при односторонней постановке задачи или доверительной вероятности (уровню значимости) $2(1 - P)$ при двусторонней постановке задачи, приведены в терминах «нормированной нормальной переменной»

$$Z = \frac{x - \mu}{\sigma}, \qquad (Г.3)$$

где μ и σ — параметры нормального распределения — среднее и стандартное отклонение соответственно.

Если P становится меньше 0,5, подходящее критическое значение становится отрицательным, соответствующим доверительной вероятности $(1 - P)$.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(обязательное)

Виды зависимостей и подходящие преобразования (см. 4.1)

Виды зависимостей приведены в таблице Д.1.

Таблица Д.1

Вид зависимости	Преобразование	Линейная зависимость в виде, который используется для подгонки	dx / dy	Примечание
1. $D = K(m + B)$ $0 < m + B$	$y = \log(x + B)$ «логарифмическое»	$\log(D) = b_0 + b_1\log(m + B) + b_2T + b_3T\log(m + B)$ Испытание: $b_1 = 1$	$(x + B)$	Меры предосторожности должны быть приняты при малых значениях $(x + B)$, так как влияние округления становится существенным
2. $D = Km^B$ $B \neq 1$	$y = x^{1-B}$ «степенное»	$\log(D) = b_0 + b_1\log(m) + b_2T + b_3T\log(m)$ Испытание: $b_1 \neq 0$	$\frac{x^B}{(1 - B)}$	Линия подгонки будет проходить через начало координат. Общим случаем является ситуация, когда $B = {}^1/_2$ или 2
3. $D = K\sqrt{\frac{m}{B}\left(1-\frac{m}{B}\right)}$ $0 \le m \le B$	$y = \arcsin\sqrt{\frac{x}{B}}$ типа «arcsin»	$\log(D) = b_0 + b_1\log[m(B - m)] + b_2T + b_3\log[m(B - m)]$ Испытание: $b_1 = \frac{1}{2}$	$2\sqrt{x(B - x)}$	Этот случай часто возникает, когда результаты сообщают как проценты или качественно как «счет». При малых значениях «x» во всем диапазоне преобразование трансформируют к виду $y = \sqrt{x}$, т. е. к специальному случаю пункта 2, приведенному выше
4. $D = K\frac{m}{B}\left(1-\frac{m}{B}\right)$ $0 \le m \le B$	$y = \log\left(\frac{x}{B - x}\right)$ типа «logistic»	$\log(D) = b_0 + b_1\log[m(B - m)] + b_2T + b_3T\log[m(B - m)]$ Испытание: $b_1 = 1$	$\frac{x(B - x)}{B}$	Этот случай возникает, когда сообщенные результаты оценены по балльной шкале от 0 до B. При малых значениях «x» во всем диапазоне преобразование трансформируют к виду $y = \log(x)$, специальному случаю пункта 1, приведенному выше
5. $D = K\left(\frac{m^2 + B^2}{B}\right)$ $B > 0$	$y = \arctan\left(\frac{x}{B}\right)$ типа «arctan»	$\log(D) = b_0 + b_1\log(m^2 + B^2) + b_2T + b_3T\log(m^2 + B^2)$ Испытание: $b_1 = 1$	$\frac{(x^2 + B^2)}{B}$	Линия подгонки не проходит через начало координат. При малых значениях B преобразование трансформируют к виду $y = 1/x$, специальному случаю пункта 2, приведенному выше

Приведенные выше виды зависимостей представлены графически на рисунках Д.1 — Д.5. Во всех случаях K — произвольная положительная постоянная. Уравнение зависимости, которое используют для подгонки, включает фиктивную переменную T (Е.1), с помощью которой возможно проверить, различаются ли значимо примененные для повторяемости (сходимости) и воспроизводимости преобразования.

Д.1 Процедура выполнения преобразования

Процедура установления правильного типа преобразования и его параметра B должна включать следующие этапы:

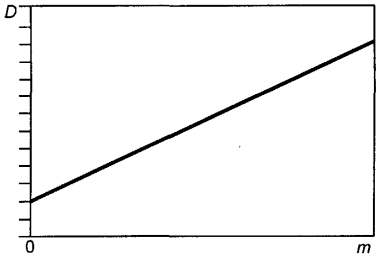
а) построение графика зависимости лабораторных стандартных отклонений D и стандартных отклонений для повторных испытаний d от средних по пробам (m) в виде диаграмм рассеяния и выбор зависимости (рисунки Д.1 — Д.5);

б) оценки параметра преобразования B по диаграммам рассеяния за исключением степенного преобразования (вид 2 в таблице Д.1). Для преобразований вида «arcsin» (вид 3) и «logistic» (вид 4) этот параметр будет известен, так как в обоих случаях B — верхний предел либо шкалы в баллах, либо «счета», в терминах которых определены результаты. Для логарифмического преобразования (вид 1) рассчитывают B по отрезку, отсекаемому на ординате, и наклону прямой, оцененной по диаграммам рассеяния. Подобным образом оценивают B по отрезку, отсекаемому на ординате, в случае преобразования вида «arctan» (вид 5). В любом случае B следует округлить так, чтобы получить значение, которое удовлетворяет графикам для лабораторных стандартных отклонений и стандартных отклонений для повторных испытаний;

в) в соответствии с расчетной процедурой по приложению Е.3 осуществляют подгонку под определенную линию в таблице Д.1 для выбранного преобразования. Коэффициент b_1 для степенного преобразования должен значимо отличаться от нуля и обеспечивать оценку B, которую округляют до разумного значения. Коэффициент b_1 для преобразования вида «arcsin» не должен значимо отличаться от 0,5. Подобным образом b_1 для преобразований вида «logistic», «log» и «arctan» не должен значимо отличаться от единицы. В каждом случае испытание, установленное в таблице Д.1, необходимо применять на 5 %-ном уровне значимости. Попадание результата испытаний в критическую область означает, что либо некорректен выбор типа преобразования, либо некорректна оценка параметра B. Подобным образом коэффициент b_3 в каждом случае должен быть проверен оценкой нуля. Отрицательный результат в этом случае означает, что преобразования для повторяемости (сходимости) и для воспроизводимости различаются. В некоторых случаях наличие аномальных результатов по 4.2 может вызывать такое различие;

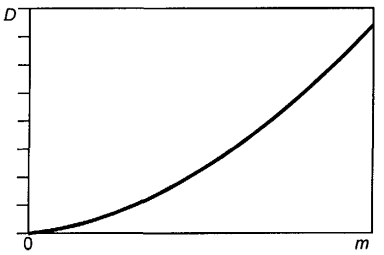
г) если испытания, примененные выше, дали положительные результаты, проводят соответствующим образом преобразование всех результатов, пересчитывают средние и стандартные отклонения, используя преобразованные результаты, и строят новые диаграммы рассеяния, как предложено в пункте а). Теперь эти диаграммы показывают постоянный уровень для лабораторного стандартного отклонения и постоянный уровень (но необязательно тот же самый) для стандартного отклонения по повторным испытаниям. Процедура испытания однородности приведена в 4.3.

Диаграммы рассеяния



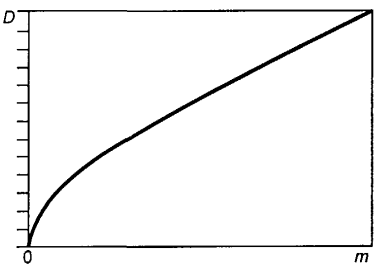
$D = K\,(m + B),\ (m + B) > 0$

Рисунок Д.1



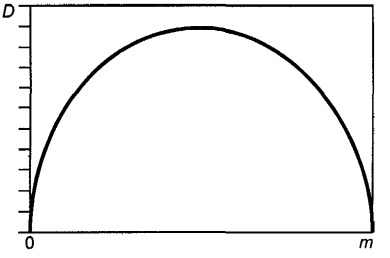
$D = Km^2,\ B > 1$

Рисунок Д.2.1



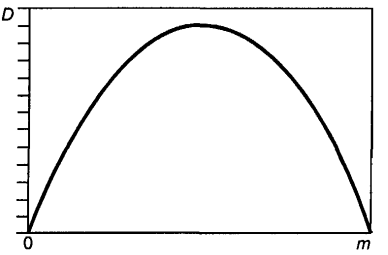
$D = Km^2,\ 0 < B < 1$

Рисунок Д.2.2



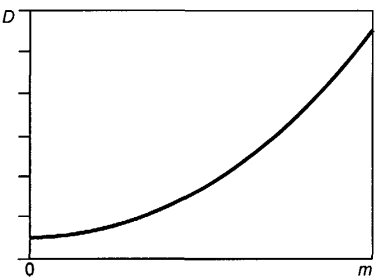
$$D = K\sqrt{\frac{m}{B}\left(1 - \frac{m}{B}\right)},\ 0 \le m \le B$$

Рисунок Д.3



$$D = K\frac{m}{B}\left(1 - \frac{m}{B}\right),\ 0 \le m \le B$$

Рисунок Д.4



$$D = K\left(\frac{m^2 + B^2}{B}\right),\ B > 0$$

Рисунок Д.5

ПРИЛОЖЕНИЕ Е
(обязательное)

Метод взвешенного линейного регрессионного анализа (см. 4.1.3)

Е.1 Пояснение для применения фиктивной переменной

Е.1.1 В общем случае две различные переменные Y_1 и Y_2 при построении графика зависимости относительно одной и той же независимой переменной X будут давать различные зависимости:

$$Y_1 = b_{10} + b_{11} X,$$
$$Y_2 = b_{20} + b_{21} X, \qquad (Е.1)$$

где коэффициенты b_{ij} оценивают с помощью регрессионного анализа. Для того, чтобы сравнить две зависимости, фиктивная переменная T может быть определена таким образом, что:

$T = T_1$ — постоянная величина для каждого наблюдения Y_1,

$T = T_2$ — постоянная величина для каждого наблюдения Y_2 и

$T_1 \neq T_2$.

Е.1.2 Допуская, что Y представляет комбинацию Y_1 и Y_2, строят график единой зависимости

$$Y = b_0 + b_1 X + b_2 T + b_3 TX, \qquad (Е.2)$$

где, как и прежде, коэффициенты b_i оценивают с помощью регрессионного анализа. При сравнении уравнений (Е.1) и (Е.2) очевидно, что

$$b_{10} = b_0 + b_2 T_1,$$
$$b_{20} = b_0 + b_2 T_2. \qquad (Е.3)$$

Поэтому

$$b_{10} - b_{20} = b_2 (T_1 - T_2). \qquad (Е.4)$$

Подобным образом

$$b_{11} - b_{21} = b_3 (T_1 - T_2). \qquad (Е.5)$$

Для исследования различия между b_{10} и b_{20} необходимо испытать только коэффициент b_2 как коэффициент, отличный от нуля. Подобным образом для выявления различия между b_{11} и b_{21} испытывают коэффициент b_3 как коэффициент, отличный от нуля.

Е.1.3 Для T_1 и T_2 могут быть выбраны любые отличные от нуля значения. Тем не менее, в силу того, что показатель «воспроизводимость» является основой испытаний при контроле качества по спецификациям (разделы 8 и 9), выбором веса при оценивании зависимостей показателей прецизионности («precision») следует отразить это положение. Следует применять «отношение важности» как 2:1 в пользу воспроизводимости путем установления $T_1 = 1$ и $T_2 = -2$, когда T_1 относится к графику зависимости лабораторного стандартного отклонения, а T_2 относится к графику зависимости стандартного отклонения для повторных испытаний.

Е.2 Выбор используемых в регрессионном анализе весов

Е.2.1 Для того, чтобы учитывать относительную прецизионность переменных, полученных при подгонке, в регрессионном анализе следует использовать веса, обратно пропорциональные дисперсии переменных, полученных при подгонке.

Для переменной D, которая является оценкой стандартного отклонения генеральной совокупности σ, основанной на $\nu(D)$ степенях свободы, формулу для дисперсии выражают как

$$\text{var}(D) = \sigma^2 / 2\nu(D). \qquad (Е.6)$$

При замене σ^2 ее оценкой D^2 вес этой переменной приближенно описывают выражением

$$w(D) = 2\nu(D) / D^2. \qquad (Е.7)$$

Очевидно, при увеличении стандартного отклонения D вес будет соответствующим образом уменьшаться. По этой причине переменную, полученную при подгонке как взвешенную регрессию, следует заменить функцией стандартного отклонения, которая дает вес, не зависящий от полученной при подгонке переменной.

Е.2.2 В случаях, когда функция $g(D)$ подгоняется легче, чем сама переменная D, формулу для дисперсии выражают как

$$\mathrm{var}\,[g\,(D)] = \left(\frac{\partial g}{\partial D}\right)^2 \mathrm{Var}\,(D). \qquad (E.8)$$

Поэтому для функции натурального логарифма

$$\mathrm{var}\,[\log\,(D)] = \left(\frac{1}{D^2}\right) \mathrm{Var}\,(D) = \left(\frac{1}{D^2}\right)\left[\frac{\sigma^2}{2\nu\,(D)}\right]. \qquad (E.9)$$

Если теперь заменить σ^2 ее оценкой D^2, то вес для log (D) приближенно будет описываться выражением

$$w\,[\log\,(D)] = 2\nu\,(D). \qquad (E.10)$$

Таким образом, при действиях с межлабораторным среднеквадратическим отклонением D и среднеквадратическим отклонением для повторных испытаний d регрессионный анализ следует выполнить в $\log(D)$ и $\log(d)$, так как тогда при выборе веса будет принято в расчет только количество данных, на которых основано среднеквадратическое отклонение. Зависимость, оцененная таким образом, будет в меньшей степени зависеть от выборок, в которых доля потерянных данных высока.

Е.2.3 Обозначая степени свободы как $\nu(D)$ для межлабораторного среднего квадратического отклонения D и как $\nu(d)$ для среднеквадратического отклонения для повторных испытаний d, формулу для расчета весов выражают как

$$w\,[\log\,(D)] = 2\nu\,(D), \qquad (E.11)$$

$$w\,[\log\,(d)] = 2\nu\,(d). \qquad (E.12)$$

Примечание — Простая (невзвешенная) регрессия соответствует взвешенной регрессии, в которой все веса имеют постоянное значение, равное единице.

Е.3 Вычислительная процедура при выполнении регрессионного анализа

Е.3.1 Приемы для наилучшей подгонки к прямой линии по формуле (Е.2)

Е.3.1.1 Сначала составляют таблицу Е.1 значений переменных, которые используют для построения графика регрессионной зависимости, вместе с соответствующими весами. Функции g_1 и g_2 во всех случаях останутся натуральными логарифмами, которые соответствуют определенным преобразованиям, как установлено в приложении Д.2.

При использовании символов, установленных в таблице Е.1, формула Е.2 для модели, с помощью которой осуществляют подгонку, принимает вид

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3. \qquad (E.13)$$

Отрезок b_0, отсекаемый на ординате, можно исключить, переписав выражение в виде

$$(y - \bar{y}) = b_1\,(x_1 - \bar{x}_1) + b_2\,(x_2 - \bar{x}_2) + b_3\,(x_3 - \bar{x}_3), \qquad (E.14)$$

где y, $\bar{x}_1$, $\bar{x}_2$ и $\bar{x}_3$ являются средними взвешенными значениями, например

$$\bar{x}_2 = \frac{\sum_{i=1}^{n} w_i\, x_{2i}}{\sum_{i=1}^{n} w_i}, \qquad (E.15)$$

где n — число точек (удвоенное число проб), по которым строят график.

Таблица Е.1

Проба	Функция стандартного отклонения g_1	Функция выборочного среднего g_2	Фиктивная переменная T	Tg_2	Вес
1	$g_1\,(D_1)$	$g_2\,(m_1)$	1	$g_2\,(m_1)$	$2\nu(D_1)$
2	$g_1\,(D_2)$	$g_2\,(m_2)$	1	$g_2\,(m_2)$	$2\nu(D_2)$
3	$g_1\,(D_3)$	$g_2\,(m_3)$	1	$g_2\,(m_3)$	$2\nu(D_3)$
.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.
S	$g_1\,(D_s)$	$g_2\,(m_s)$	1	$g_2\,(m_s)$	$2\nu(D_s)$

Окончание табл. Е.1

Проба	Функция стандартного отклонения g_1	Функция выборочного среднего g_2	Фиктивная переменная T	Tg_2	Вес
1	$g_1(d_1)$	$g_2(m_1)$	−2	$-2g_2(m_1)$	$2v(d_1)$
2	$g_1(d_2)$	$g_2(m_2)$	−2	$-2g_2(m_2)$	$2v(d_2)$
3	$g_1(d_3)$	$g_2(m_3)$	−2	$-2g_2(m_3)$	$2v(d_3)$
.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.
S	$g_1(ds)$	$g_2(m_s)$	−2	$-2g_2(m_s)$	$2v(d_s)$
Обозначение переменной	y_i	x_{1i}	x_{2i}	x_{3i}	w_i

Решение по формуле (Е.14) с помощью метода наименьших квадратов требует решения системы условных (нормализованных) уравнений в форме

$$\begin{aligned} a_{y1} &= a_{11}b_1 + a_{12}b_2 + a_{13}b_3, \\ a_{y2} &= a_{21}b_1 + a_{22}b_2 + a_{23}b_3, \\ a_{y3} &= a_{31}b_1 + a_{32}b_3 + a_{33}b_3. \end{aligned} \qquad (Е.16)$$

Примеры решений для элементов a_{ij} и a_{yi} даны в терминах взвешенных средних x_i

$$a_{22} = \sum w_i (x_{2i} - \bar{x}_2)^2; \qquad a_{23} = \sum w_i (x_{2i} - \bar{x}_2)(x_{3i} - \bar{x}_3);$$

$$a_{y2} = \sum w_i (y_i - \bar{y})(x_{2i} - \bar{x}_2); \qquad a_{yy} = \sum w_i (y_i - \bar{y})^2.$$

Получив решение уравнений относительно b_1, b_2 и b_3, рассчитывают отрезок, отсекаемый на ординате, в терминах взвешенных средних переменных

$$b_0 = \bar{y} - b_1\bar{x}_1 - b_2\bar{x}_2 - b_3\bar{x}_3. \qquad (Е.17)$$

Е.3.1.2 Оценки коэффициентов b_i могут быть суммированы в табличной форме, которые вместе со статистическими данными для испытаний представлены в таблице Е.2.

Таблица Е.2

Подгоняемые переменные	Оценки коэффициентов	Среднеквадратическое отклонение для оценок	Значение для испытания по t-критерию
Отрезок ординаты	b_0	e_0	t_0
Выборочное среднее	b_1	e_1	t_1
Фиктивная переменная	b_2	e_2	t_2
Взаимодействие «фиктивная переменная × среднее»	b_3	e_3	t_3

Для того, чтобы заполнить таблицу, необходимо рассчитать среднеквадратическое отклонение наблюдаемых значений y относительно линии регрессии. Эту оценку называют остаточным среднеквадратическим отклонением и выражают формулой

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-4}(a_{yy} - b_1 a_{y1} - b_2 a_{y2} - b_3 a_{y3})}. \qquad (Е.18)$$

Тогда выражения для среднеквадратического отклонения оценок принимают вид

$$e_i = S\sqrt{c_{ii}}, \text{ для } i = 1, \ldots, 3$$

и

$$e_0 = S\sqrt{\frac{1}{n} + c_{11}\bar{x}_1^2 + c_{22}\bar{x}_2^2 + c_{33}\bar{x}_3^2 + 2c_{12}\bar{x}_1\bar{x}_2 + 2c_{13}\bar{x}_1\bar{x}_3 + 2c_{23}\bar{x}_2\bar{x}_3}, \qquad (Е.19)$$

где элементы c_{ij} соответствуют значениям обратной матрицы, содержащей элементы a_{ij}.

Е.3.2 Значение t-критерия — это значение отношения $(b_i - K) / e_i$, где K — постоянная величина. Сравнением этих значений с критическими значениями t-критерия в таблице Г.5 возможно установить, отличается ли коэффициент b_i от K. Если t_i больше, чем критическое значение, соответствующее 5 %-ному уровню значимости и $(n - 4)$ степеням свободы, то данный коэффициент можно рассматривать как отличающийся от K. В частности, с помощью t_1 можно идентифицировать, является ли наклон b_1 подходящим, а с помощью t_3 определять, различаются ли наклоны для межлабораторного среднеквадратического отклонения и среднеквадратического отклонения для повторных определений. Так как обычно межлабораторное среднеквадратическое отклонение больше, чем среднеквадратическое отклонение для повторных определений при одном и том же значении среднего по пробе, то t_2 обычно будет указывать на то, что коэффициент b_2 отличается от нуля.

Е.3.3 Пример подгонки с помощью степенной функции (вид зависимости 2 в таблице Д.1) и взвешенной линейной регрессии

Округленные значения средних по пробам и среднеквадратических отклонений, полученных на основе данных по бромным числам из Г.2, приведены в таблице 1 настоящего стандарта.

Е.3.3.1 На рисунке Е.1 с помощью графика в билогарифмических координатах показано, что степенное преобразование согласуется с диаграммами рассеяния.

Е.3.3.2 Параметр преобразования B нет необходимости оценивать по графику на рисунке Е.1, так как его получают при регрессионном анализе следующим образом.

Е.3.3.3 Уравнение линии, для которой выполняют подгонку (таблица Д.1), имеет вид

$$\log(D) = b_0 + b_1 \log(m) + b_2 T + b_3 T \log(m).$$

Значения, для которых выполняют подгонку (таблица Е.1), представлены в таблице Е.3.

Определение регрессионной зависимости по методу наименьших квадратов требует решения системы условных уравнений:

$$614{,}671 = 999{,}894\ b_1 - 035{,}8524\ b_2 - 493{,}045\ b_3,$$
$$188{,}526 = -35{,}8524\ b_1 + 673{,}920\ b_2 + 1409{,}58\ b_3,$$
$$195{,}477 = -493{,}045\ b_1 + 1409{,}58\ b_2 + 5362{,}27\ b_3.$$

Для расчета также необходимы следующие величины

$$a_{yy} = 505{,}668;$$
$$S = 2{,}23868.$$

Таблица Е.3

Проба	Логарифм среднеквадратического отклонения	Логарифм среднего значения по пробе	Фиктивная переменная T	(Фиктивная переменная) × [log (среднее)]	Вес
1	−0,3158	0,7655	1	0,7655	16
2	0,7969	4,1804	1	4,1804	18
3	−2,7046	−0,2802	1	−0,2802	28
4	−1,5568	1,2932	1	1,2932	22
5	−1,2358	2,3888	1	2,3888	18
6	0,4029	3,8755	1	3,8755	18
7	1,0762	4,7378	1	4,7378	18
8	−1,8401	0,1975	1	0,1975	18
1	−2,0644	0,7655	−2	−1,5309	18
2	−0,2015	4,1804	−2	−8,3609	18
3	−2,9957	−0,2802	−2	0,5605	18
4	−2,1585	1,2932	−2	−2,5864	18
5	−2,3613	2,3888	−2	−4,7775	18
6	−0,6415	3,8755	−2	−7,7510	18
7	−0,0674	4,7378	−2	−9,4756	18
8	−2,8612	0,1975	−2	−0,3949	18
Обозначение переменной	y_i	x_{1i}	x_{2i}	x_{3i}	w_i

Результаты вычислений суммированы в таблице Е.4.

Таблица Е.4

Наименование переменных для подгонки	Оценки коэффициентов b_i	Среднеквадратическое отклонение для оценок b_i	t-критерий
Отрезок ординаты	—2,4064	—	—
log (среднее)	0,63773	0,07359	8,67
Фиктивная переменная	0,25496	0,13052	1,95
(Фиктивная переменная) × log (среднее)	0,02808	0,04731	0,59

При сравнении экспериментальных значений t-критерия с критическими значениями на 5 %-ном уровне значимости для 12 степеней свободы (а именно 2,179), приведенными в таблице Г.5, можно видеть, что наклон b_1 значимо отличается от нуля ($b_1 = 0{,}638$). Это подтверждает то обстоятельство, что преобразование было необходимо. Кроме того, наклон b_3, а, следовательно, и преобразование является одинаковым и для межлабораторного среднеквадратического отклонения и для среднеквадратического отклонения для повторных испытаний, так как коэффициент b_3 не отличается значимо от нуля.

Е.3.3.4 Так как наклон b_1 ($b_1 = 0{,}638$) имеет среднеквадратическое отклонение 0,074, то приблизительно 66 %-ная доверительная область ($0{,}638 \pm 0{,}074$) содержит значение $^2/_3$. Следовательно, округление, приводящее к этому значению, приводит к традиционному преобразованию

$$y = x^{2/3}.$$

Е.3.3.5 На рисунке Е.2 показаны диаграммы рассеяния, соответствующие условиям, полученным после применения преобразования и пересчета средних по пробам и среднеквадратических отклонений. Диаграммы показывают идентичные уровни и для межлабораторного среднеквадратического отклонения и для среднеквадратического отклонения по повторным испытаниям для всех проб, за исключением пробы 1. В случае последней пробы экстремальное значение обусловлено выбросами (см. пример в 4.2.2).

Диаграммы рассеяния

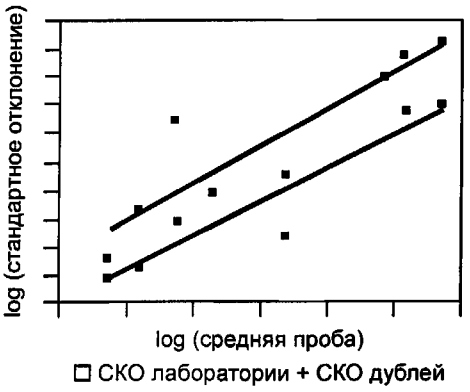


Рисунок Е.1

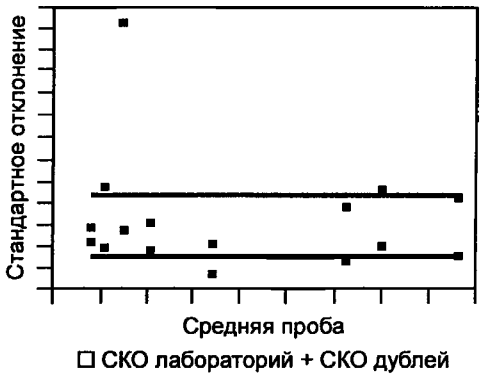


Рисунок Е.2

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж
(обязательное)

Правила округления результатов

Ж.1 Общее правило состоит в том, что результаты испытаний не следует округлять грубее, чем до одной десятой значения воспроизводимости метода испытаний. Практически это означает, что для десятичной системы представления результатов такой выбор делается из ряда 1; 0,5; 0,2; 0,1; 0,05; 0,02 и т. д. (так как единственными целыми числами, кратными 10, являются 1,2 и 5). Если цифра, занимающая место десятых в значении воспроизводимости, отличается от цифр приведенного выше ряда, то следует использовать цифру, которая является ближайшей меньшей цифрой ряда. Так, если значение воспроизводимости равно 5, то результат следует округлять до 0,5. Однако, если значение воспроизводимости равно 4, то результат следует округлять до 0,2.

Ж.2 При округлении числа следует выбирать ближайшую округленную цифру из допустимого ряда. Если возможен выбор любой из двух допускаемых цифр ряда, т. е. если подлежащее округлению число находится точно посередине между двумя допускаемыми числами, то выбирают округленное число, представляющее собой четное число, десятичный разряд которого соответствует единице округления. Например, если 0,1 — единица округления, то значение показателя 23,55 следует округлить до 23,6, в то время как значение 23,45 следует округлять до 23,4. Если единица округления 0,02, то значение показателя 5,03 следует округлить до 5,04, а значение 5,01 следует округлить до 5,00.

Ж.3 Если процедура округления оговорена или вытекает из метода испытаний, вышеизложенные статистически обоснованные правила могут быть применены не всегда. Например, в стандартном методе определения вязкости асфальтовых битумов, растворенных в нефтяном масле, и дорожного битума [11] значение воспроизводимости равно 2 с, а для вязкости, равной 20 с и выше, равно 10 % среднего значения, но вместе с тем принят интервал округления, равный 1 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ И
(справочное)

Пояснения к формулам, приведенным в разделе 6

И.1 Пусть σ_0^2 является дисперсией результатов, полученных в условиях сходимости (повторяемости), тогда r рассчитывают как

$$Z\sqrt{2\sigma_0}. \qquad (И.1)$$

Пусть σ_1^2 является дисперсией, обусловленной действием всех тех источников изменчивости, которые вносят вклад в изменчивость результатов в условиях воспроизводимости, за исключением источников, которые формируют условия повторяемости. Тогда $\left(\sigma_0^2 + \sigma_1^2\right)$ является дисперсией результатов, полученных в условиях воспроизводимости.

R рассчитывают как

$$Z\sqrt{2}\sqrt{\sigma_0^2 + \sigma_1^2}, \qquad (И.2)$$

где Z является фактором пересчета [8] среднеквадратического отклонения в доверительном интервале (таблица Г.7), который соответствует 95 %-ному уровню вероятности при двухсторонней постановке задачи, т. е. равняется 1,96.

Дисперсия среднего k результатов, полученных в условиях повторяемости (сходимости), составляет σ_0^2 / k.

Поэтому дисперсия разности отдельного результата и среднего остальных результатов для ряда из k таких результатов составляет

$$\sigma_0^2 + \frac{\sigma_0^2}{(k-1)} = \frac{r^2}{1{,}96^2} \times \frac{k}{2(k-1)} \qquad (И.3)$$

и 95 %-ный доверительный интервал для абсолютного значения такой разности составляет

$$r_1 = 1{,}96\sqrt{\sigma_0^2 + \frac{\sigma_0^2}{(k-1)}} = r\sqrt{\frac{k}{2(k-1)}}. \qquad (И.4)$$

Если среднее k результатов получают в каждой из нескольких лабораторий, то такие лабораторные средние значения характеризуют дисперсией

$$\frac{\sigma_0^2}{k} + \sigma_1^2 = \frac{1}{2} \times \frac{1}{1{,}96^2}\left[R^2 - r^2\left(1 - \frac{1}{k}\right)\right]. \qquad (И.5)$$

Обозначим

$$R_1 = \sqrt{R^2 - r^2\left(1 - \frac{1}{k}\right)}. \qquad (И.6)$$

Тогда 95 %-ный доверительный интервал для таких средних при двусторонней постановке задачи составит

$$(\text{среднее}) \pm 1{,}96\sqrt{\frac{\sigma_0^2}{k} + \sigma_1^2} = (\text{среднее}) \pm \frac{R_1}{\sqrt{2}}. \qquad (И.7)$$

Доверительные интервалы для уровней вероятности, отличных от 95 %-ного, могут быть рассчитаны с помощью подходящих значений Z из таблицы Г.7 (для односторонней или двусторонней постановки в зависимости от условий задачи) умножением на фактор пересчета Z/1,96. При односторонней постановке задачи для 95 %-ного уровня вероятности Z составляет 1,64, а фактор пересчета — 0,84.

И.2 В общем случае ситуация выглядит следующим образом: средние результаты для серий из k_1, k_2, . . . , k_N результатов соответственно получают N лабораторий, дисперсия среднего для N таких лабораторных средних составляет

$$\frac{1}{N^2}\left[\left(\frac{\sigma_0^2}{k_1}+\sigma_1^2\right)+,\ldots,+\left(\frac{\sigma_0^2}{k_N}+\sigma_1^2\right)\right]=\frac{1}{2N\,1{,}96^2}\left[R^2-\frac{r^2}{N}\left(N-\frac{1}{k_1}-,\ldots,-\frac{1}{k_N}\right)\right]. \quad (И.8)$$

Обозначим

$$R_4=\sqrt{R^2-\frac{r^2}{N}\left(N-\frac{1}{k_1}-,\ldots,-\frac{1}{k_N}\right)}. \quad (И.9)$$

При двусторонней постановке задачи 95 %-ный доверительный интервал составляет

$$(\text{среднее})\pm\frac{R_4}{\sqrt{2N}}. \quad (И.10)$$

Доверительные интервалы для уровней вероятности, отличных от 95 %-ного, могут быть рассчитаны с помощью подходящих значений Z из таблицы Г.7 (для односторонней или двусторонней постановки в зависимости от условий задачи) умножением на фактор пересчета $Z/1{,}96$. Поэтому для ряда из $(N+1)$ таких средних дисперсия разности отдельного среднего из k результатов и среднего остальных N средних составит

$$\frac{R_1^2}{2\times1{,}96^2}+\frac{R_4^2}{2N\times1{,}96^2}. \quad (И.11)$$

95 %-ный доверительный интервал R_3 для абсолютного значения такой разности составит

$$R_3=\sqrt{\frac{R_1^2}{2}+\frac{R_4^2}{2N}}. \quad (И.12)$$

В случае, когда существуют только единичные средние от двух лабораторий, т. е. $N=1$, формулу преобразуют к виду

$$R_2=\sqrt{R^2-r^2\left(1-\frac{1}{2k_1}-\frac{1}{2k_2}\right)}. \quad (И.13)$$

ПРИЛОЖЕНИЕ К
(рекомендуемое)

Уровень требований к качеству продукции в спецификациях

К.1 Качество продукции в спецификациях

Некоторые спецификации вследствие особенностей товарной продукции или конечного использования продукта или по обеим причинам требуют, чтобы получатель имел высокую степень уверенности в том, что товарная продукция соответствует качеству или превосходит уровень, регламентированный в спецификации. Такие спецификации называют «Технические требования».

Спецификации, в которых требования сводятся к тому, чтобы качество товарной продукции было не хуже качества, регламентированного спецификацией, называют «Общие требования».

При любом товарообмене устанавливают условие о том, что степень достоверности спецификации соответствует максимальной вероятности (риску), которую получатель может допустить, принимая партию продукции, которая не удовлетворяет спецификациям. Степень достоверности обозначают как P. Риск, который может выдержать поставщик, отвергая партию продукции, которая удовлетворяет требованиям спецификации «Общие требования», составит таким образом $1 - P$. В некоторых случаях P является предметом предварительного соглашения между сторонами — юридическими лицами, и в этом случае его следует рассматривать подобно нормативным значениям (границам по спецификациям) с учетом метода испытаний как составной части спецификации.

К.2 Составление спецификаций

См. 7.2.

К.3 Контроль качества по спецификациям

Этот раздел дает общую информацию, которая позволяет поставщику и получателю оценивать качество продукции согласно спецификации, когда один или несколько результатов представлены одной или несколькими лабораториями.

Если после изучения этих результатов получателю необходимо предпринять определенные действия, следует придерживаться процедуры, определенной в К.4, которая предполагает, что результаты метода испытаний не имеют систематических ошибок и соответствуют нормальному закону распределения вероятностей с повторяемостью (сходимостью) r и воспроизводимостью R. Предполагается, что степень достоверности P предварительно согласована поставщиком и получателем.

К.3.1 Приемочная граница для контроля качества по единичному результату

Поставщику или получателю, которые не имеют другого источника информации об истинном значении показателя качества, кроме единичного результата испытания, следует считать, что качество продукта соответствует требованию спецификации (соответствует границе по спецификации) с надежностью 100 $(1 - P)$ %, если результат X такой, что

в случае односторонней верхней границы A_1

$$X \le A_1 + 0{,}361ZR, \qquad (К.1)$$

в случае односторонней нижней границы A_2

$$X \ge A_2 - 0{,}361ZR, \qquad (К.2)$$

в случае двух границ (верхней A_1 и нижней A_2), результат X удовлетворяет обоим условиям.

Коэффициент Z в приведенных выше уравнениях является значением ординаты стандартного нормального распределения, соответствующим вероятности P (таблица Г.7). Следует обратить внимание, что в спецификациях «Технические требования» ($P < 0{,}5$) Z имеет отрицательное значение, а надежность 100 $(1 - P)$ того, что качество продукта удовлетворяет требованию спецификации больше, чем в спецификациях «Общие требования».

Коэффициент 0,361 — это величина, обратная $1{,}96\sqrt{2}$ из формулы (И.2), которую используют для пересчета воспроизводимости в среднеквадратическое отклонение.

Если воспроизводимость R является функцией истинного значения рассматриваемого свойства как в примере из разделов 4 и 5, значение R, которое применяют в формуле (К.1), — значение, которое соответствует истинному значению A_1, тогда как для формулы (К.2) R следует вычислять, принимая, что истинное значение равно A_2.

Получателю не следует предпринимать каких-либо действий, как предписано в К.4, на основе единичного результата. Вместо этого ему следует получить не менее трех приемлемых результатов по 6.1 и рассчитать среднее значение. В этом случае следует применять приемочную границу по К.3.2.

К.3.2 Приемочная граница для контроля качества по нескольким результатам, полученным в одной лаборатории

Поставщику или получателю, которые получили k приемлемых результатов испытаний одного продукта, следует считать, что качество продукта соответствует требованию спецификации, если среднее результатов испытаний $\overline{X}$ удовлетворяет условию формул (К.1) или (К.2), или обоим условиям одновременно в зависимости от требований стандарта, причем R заменяют R_1 согласно формуле (18).

Предписанные в К.4 действия получателя, который получил не менее трех приемлемых результатов испытаний, оправданы, если среднее полученных результатов не выдерживает испытания, изложенного в этом разделе.

Если R или r зависят от истинного значения рассматриваемого свойства (показателя качества), их следует рассчитывать так, как будто истинным значением является A_1, для формулы (К.1) или A_2 для формулы (К.2).

К.3.3 Приемочная граница для контроля качества по результатам испытаний, полученным различными лабораториями

Если две или более лабораторий получили по одному или более приемлемых результатов каждая на одном и том же продукте, среднее значение отдельных лабораторных средних $\overline{X}$ следует использовать для проверки соответствия спецификации при условии, что эти средние прошли испытание приемлемости (по воспроизводимости) по 6.2.1. Поставщику или получателю следует считать, что качество продукта удовлетворяет требованиям спецификации, когда условие по формуле (К.1) или (К.2), или оба условия одновременно в зависимости от требований стандарта выполнены, причем R заменяют $R_4 / \sqrt{N}$, а R_4 — это значение, которое определено формулой (23), и N — количество участвующих лабораторий.

В случае зависимости R или r от истинного значения рассматриваемого свойства (показателя качества) их следует вычислять так, как будто истинным значением является A_1 для формулы (К.1) или A_2 для формулы (К.2).

К.4 Правила приемки и браковки в случае спора о качестве

Если поставщик и получатель не могут достичь соглашения о качестве продукта на основе имеющихся у них результатов, следует выполнить процедуры К.4.1 — К.4.4.

К.4.1 Каждой лаборатории следует забраковать свои первоначальные результаты и получить не менее трех других приемлемых результатов на контрольной пробе так, чтобы быть уверенным в том, что работа действительно выполнена в условиях повторяемости (сходимости). Затем в каждой лаборатории следует рассчитать среднее значение приемлемых результатов, при этом отклоняющиеся результаты отбрасывают, как предписано в 6.1.1. Средние значения, полученные у поставщика и получателя, обозначают $\overline{X}_S$ и $\overline{X}_R$ соответственно.

К.4.1.1 Если $\overline{X}_S$ и $\overline{X}_R$ оказываются приемлемыми по воспроизводимости (6.2.1) и $\overline{X} = (\overline{X}_S + \overline{X}_R)/2$ удовлетворяет формуле (К.1), или (К.2), или обоим условиям одновременно, причем R заменяют на R_2, как указано в 6.2.1, то продукт считают кондиционным и его принимают.

К.4.1.2 Если $\overline{X}_S$ и $\overline{X}_R$ оказываются приемлемыми по критерию воспроизводимости по 6.2.1 и $\overline{X} = (\overline{X}_S + \overline{X}_R)/2$ не удовлетворяет формуле (К.1) или (К.2) в зависимости от требований стандарта, причем R заменяют на R_2, как указано в 6.2.1, продукт считают некондиционным и его бракуют.

К.4.1.3 Если разность лабораторных средних $\left|\overline{X}_S - \overline{X}_R\right|$ превосходит R_2 из 6.2.1 и спор о качестве продукта невозможно уладить иным способом, следует выполнить требования К.4.2 настоящего стандарта.

К.4.2 Если лабораторные средние неприемлемы, двум лабораториям следует вступить в контакт друг с другом и сравнить приемы лабораторной работы и аппаратуру. После такого обследования двум лабораториям следует выполнить сопоставительное испытание на двух контрольных пробах. При этом получают не менее трех приемлемых результатов в каждой лаборатории, которые усредняют. Затем эти средние сравнивают, как указано в К.4.1.

К.4.3 Если соглашение о качестве продукта по-прежнему не достигнуто, следует пригласить третью лабораторию (независимую, квалифицированную и приемлемую для двух сторон) для выполнения испытания с использованием третьей пробы. Если $\overline{X}_E$ представляет среднее из трех или более приемлемых результатов испытаний от третьей лаборатории и если $\overline{X}_S$, $\overline{X}_R$ и $\overline{X}_E$ — средние, приемлемые по воспроизводимости (6.2.1), то поступают, как указано в К.4.3.1 и К.4.3.2.

К.4.3.1 Если $\overline{X} = \left(\overline{X}_S + \overline{X}_R + \overline{X}_E\right)/3$ удовлетворяет условию по формуле (К.1), или (К.2), или обоим условиям одновременно в зависимости от требований спецификации, причем R заменяют на $R_4 / \sqrt{3}$, то

результат считают приемлемым, а продукт кондиционным и его принимают в соответствии с формулой (23) для $N = 3$.

К.4.3.2 Если $\overline{X} = \left(\overline{X}_S + \overline{X}_R + \overline{X}_E\right)/3$ не удовлетворяет условию по формуле (К.1) или (К.2) в зависимости от требований спецификации, причем R заменяют на $R_4/\sqrt{3}$, продукт бракуют некондиционный.

К.4.4 Если средние $\overline{X}_S$, $\overline{X}_R$ и $\overline{X}_E$ оказываются неприемлемыми по воспроизводимости (6.2.1), следует отбросить средний результат наиболее отклоняющейся лаборатории. Два оставшихся средних результата усредняют и обозначают результат как $\overline{X}$. При этом следует пересчитать R_4, исходя из числа результатов испытаний, полученных двумя оставшимися лабораториями. В этом случае R_4 становится идентичным R_2 в соответствии с формулой (21).

К.4.4.1 Если $\overline{X}$ удовлетворяет условию по формуле (К.1) или (К.2), или обоим условиям одновременно в зависимости от требований спецификации как приемлемый результат, причем $R_4/\sqrt{2}$ используют вместо R, продукт считают кондиционным и его принимают.

К.4.4.2 Если $\overline{X}$ не удовлетворяют условию по формуле (К.1) или (К.2) в зависимости от требований спецификации, причем $R_4/\sqrt{2}$ используют вместо R, продукт бракуют.

ПРИЛОЖЕНИЕ Л
(справочное)

Пояснения к некоторым понятиям

1 В стандарте приняты установленные в ИСО 4259—92:

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.1 способ оценивания приемлемости результатов исптыаний, основанный на использовании среднеквадратического отклонения, установленного в межлабораторном эксперименте;

1.2 термин «прецизионность» (precision) (см. 2.14) — определение термина дано в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1, [1] и [2].

Прецизионность зависит только от случайных факторов.

Экстремальные показатели прецизионности — показатель повторяемости (repeatability) *r* и показатель воспроизводимости (reproducibility) *R* (см. 2.17 и 2.19).

1.3 Для целей данного стандарта понятие «истинное значение» (см. 2.24) — совпадает с понятием «принятое опорное значение» (см. 2.24) — определение соответствует [2] (см. 3.5), [1] (см. 3.5, d), ГОСТ Р ИСО 5725-1 (см. 3.5, d) и установлено для случаев отсутствия необходимых эталонов (стандартных образцов), известных значений контролируемых показателей (см. 2.8).

В контексте настоящего стандарта принятое опорное значение служит:

- для определения смещения (отклонения) по отношению к известному значению (см. 2.8);
- в качестве согласованного для сопоставления с результатом испытаний.

1.4 понятие «смещение (отклонение)» (см. 2.3) приведено в соответствии с определением по [2] (см. 3.8).

1.1—1.4 **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2а В настоящем стандарте приняты установленные в ИСО 4259 следующие процедуры, позволяющие в комплексе обеспечить единство испытаний:

- контроль установленных показателей повторяемости (см. 2.17) и воспроизводимости (см. 2.19);
- правила оценки качества продукции по результатам испытаний;
- правила разрешения спорных ситуаций в оценке качества продукции между поставщиком и получателем.

Примечание. — Для обеспечения доверия к результатам испытаний при применении стандартных методов в конкретной лаборатории целесообразен периодический контрль показателей прецизионности, систематической погрешности лаборатории на основе сравнения результатов испытаний, получаемых в лаборатории, с установленным значением контролируемого показателя в образце для контроля, роль которого, как правило, выполняют стандартные образцы состава и свойств нефти и нефтепродуктов, характеристики которого установлены в межлабораторной аттестации их в рамках того же метода исптыаний, что используется при контроле качества продукции.

Процедура проведения такого контроля требует разработки отдельного нормативного документа с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2 Разделы 4, 5, 6, описывающие способ определения повторяемости (сходимости) *r* и воспроизводимости *R*, являются рекомендательными и по существу требуется разработка дополнительного документа, регламентирующего алгоритм расчета определяемых значений *r* и *R*.

Разделы 7, 8, 9, описывающие применение показателей прецизионности — повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, являются обязательными и не требуют разработки отдельного нормативного документа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3—6 **(Исключены, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ М
(справочное)

Библиография

[1] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 1. General principles and definitions
[2] ISO 3534-1:1993 Statistics — Vocabulary and Symbols — Part 1: Statistical methods/Terms and definitions
[3] Cochran, W. G., Ann. Eugen., 1941
[4] Hawkins, D. M., Identification of Outliers, 1980
[5] Kolodziejczyk, S., Biometrika, 1935
[6] Welch, B. L., Biometrika, 1938
[7] Davies, O. L., et al, Design and Analysis of Industrial Experiments, second edition 1963, example 6B.1
[8] Smith, I. J., J. Inst. Pet., 1963
[9] Merrington, M. and Thompson, C. M., Biometrika, 1943
[10] Shapiro, S. S. and Wilk, M. B., Biometrika, 1965
[11] BS 3235 «Методы испытаний битумов» или IP 72/58

ПРИЛОЖЕНИЕ М **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 665.6:620.113:006.354 ОКС 17.020 Т80 ОКСТУ 0008

Ключевые слова: нефть, нефтепродукт, показатель точности, метод испытаний, повторяемость, сходимость, воспроизводимость

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Е. Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Подписано в печать 20.07.2007. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 6,51. Уч.-изд. л. 5,60. Тираж 83 экз. Зак. 594.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru