
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
ИСО 21748—
2021

Статистические методы

**РУКОВОДСТВО ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ ОЦЕНОК
ПОВТОРЯЕМОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ
И ПРАВИЛЬНОСТИ ПРИ ОЦЕНКЕ
НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ**

(ISO 21748:2017, Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Закрытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (ЗАО «НИЦ КД») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 125 «Применение статистических методов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 сентября 2021 г. № 1018-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 21748:2017 «Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений» (ISO 21748:2017 «Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 69.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5)

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р ИСО 21748—2012

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.ru)

© ISO, 2017

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Обозначения	4
5 Принципы	6
6 Оценка неопределенности с использованием оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности	7
7 Установление соответствия данных выполнения метода результатам измерений для конкретного процесса измерений	8
8 Учет особенностей объекта испытаний	11
9 Дополнительные факторы	13
10 Общее выражение для суммарной стандартной неопределенности	13
11 Бюджет неопределенности, основанный на данных совместных исследований	14
12 Оценка неопределенности суммарного результата	15
13 Представление информации о неопределенности	15
14 Сравнение данных выполнения метода и неопределенности	16
Приложение А (справочное) Подходы к оценке неопределенности	18
Приложение В (справочное) Экспериментальная оценка неопределенности	21
Приложение С (справочное) Примеры расчета неопределенности	22
Библиография	30

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

Введение

Знание неопределенности результатов измерений крайне важно для интерпретации результатов. Без количественных оценок неопределенности невозможно принять решение о превышении наблюдаемых отклонений результатов измерений заданной характеристики изменчивости и соответствии объектов испытаний установленным требованиям. При отсутствии информации о неопределенности результатов измерений велика вероятность ошибочного принятия решений, которые могут привести к непредусмотренным расходам в процессе производства, неправильным судебным выводам, неблагоприятным последствиям для здоровья человека или неблагоприятным социальным последствиям.

Лаборатории, аккредитованные в соответствии с ИСО/МЭК 17025, обязаны оценивать неопределенность результатов измерений и испытаний и указывать ее в соответствующем отчете. В Руководстве ИСО/МЭК 98-3 установлен стандартный подход к оценке неопределенности результатов измерений. Приведенный в этом документе подход относится к ситуации, когда известна модель процесса измерений. Широкий диапазон стандартных методов испытаний может быть подвергнут совместному исследованию в соответствии с ИСО 5725-2. Настоящий стандарт устанавливает методы оценки неопределенности результатов измерений и испытаний, основанные на анализе данных, полученных при межлабораторном исследовании, и в полной мере соответствует принципам GUM.

Общий подход, используемый в настоящем стандарте, требует, чтобы:

- оценки повторяемости, воспроизводимости и правильности метода, полученные при межлабораторном исследовании в соответствии с ИСО 5725-2, могли быть получены из опубликованной информации об использовании метода испытаний. Эти оценки позволяют получать внутрилабораторные и межлабораторные составляющие дисперсии, а также оценку неопределенности результатов, связанную с правильностью метода;

- лаборатория подтвердила на основе проверок присущих ей смещения и прецизионности, что выполнение лабораторией метода испытаний соответствует установленным характеристикам метода испытаний. Это подтверждает, что опубликованные данные применимы к результатам, полученным лабораторией;

- все воздействия на результаты измерений, не охваченные межлабораторными исследованиями, были идентифицированы, а дисперсия, связанная с результатами, вызванными этими воздействиями, определена количественно.

Оценку неопределенности определяют путем объединения соответствующих оценок дисперсии в порядке, установленном в Руководстве по выражению неопределенности измерений (GUM). Эта оценка вместе с другими составляющими неопределенности может быть использована при оценке суммарной неопределенности или, при их отсутствии, может быть окончательной, установленной оценкой неопределенности.

Общий принцип применения данных воспроизводимости при оценке неопределенности иногда называют «нисходящим» подходом.

Для контроля полного понимания метода разброс результатов, полученных в межлабораторном исследовании, полезно сравнивать с оценками неопределенности измерений, полученными с использованием процедур GUM. Такие сравнения будут более эффективны при использовании последовательных оценок одного и того же параметра, полученных на основе данных совместных исследований.

Статистические методы

РУКОВОДСТВО ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ ОЦЕНОК ПОВТОРЯЕМОСТИ, ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ И ПРАВИЛЬНОСТИ ПРИ ОЦЕНКЕ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Statistical methods. Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

В настоящем стандарте приведено руководство для:

- оценки неопределенности результатов измерений на основе данных, полученных в результате исследований, проводимых в соответствии с ИСО 5725-2;
- сравнения результатов, полученных в межлабораторном исследовании, с оценками неопределенности измерений исследуемого параметра, полученными с использованием принципов распространения неопределенности (см. раздел 14).

В ИСО 5725-3 установлены дополнительные модели для анализа промежуточной прецизионности. Однако, хотя к использованию таких моделей может быть применен тот же общий подход, оценка неопределенности с использованием этих моделей не включена в настоящий стандарт.

Настоящий стандарт применим во всех областях измерений и испытаний, когда должна быть определена неопределенность результатов.

В настоящем стандарте не рассмотрено применение данных повторяемости в отсутствие данных воспроизводимости.

В настоящем стандарте использовано предположение, что признанные значимыми систематические воздействия устранены либо путем численной корректировки результатов, включенной в метод измерений, либо путем анализа и устранения причины воздействий.

В настоящем стандарте приведено общее руководство. Представленный подход к оценке неопределенности применим во многих случаях, однако возможно применение и других методов.

В общем случае информация, приведенная в настоящем стандарте, относительно результатов, методов и процессов измерений относится также к результатам, методам и процессам испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте нормативные ссылки отсутствуют.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ИСО 5725-3, а также следующие термины с соответствующими определениями.

Терминологические базы данных ИСО и МЭК доступны по следующим интернет-адресам:

- электронная база МЭК Electropedia по адресу: <http://www.electropedia.org/>;
- электронная платформа ИСО с функцией онлайн-просмотра терминов по адресу: <http://www.iso.org/obp>.

3.1 смещение (bias): Разность между математическим ожиданием результатов измерений или испытаний и истинным значением.

Примечание 1 — Смещение представляет собой общую систематическую ошибку¹⁾ в противоположность случайной ошибке. Могут существовать одна или несколько составляющих систематической ошибки. Большее систематическое отклонение от истинного значения соответствует большему значению смещения.

Примечание 2 — Смещение средств измерений определяют в виде среднего арифметического ошибок его показаний по соответствующему количеству повторных измерений. Ошибка показания — «показания измерительного прибора минус истинное значение соответствующей величины».

Примечание 3 — На практике вместо истинного значения применяют принятое опорное значение.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.2]

3.2 суммарная стандартная неопределенность (combined standard uncertainty): Стандартная неопределенность результата измерения, полученного из значений ряда других величин, равная положительному квадратному корню взвешенной суммы дисперсий или ковариаций этих величин, весовые коэффициенты при которых определяются зависимостью изменения результата измерения от изменения этих величин.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, 2.3.4]

3.3 коэффициент охвата (coverage factor): Коэффициент, на который умножают суммарную стандартную неопределенность для получения расширенной неопределенности.

Примечание — Коэффициент охвата k обычно принимает значения от 2 до 3.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, 2.3.6]

3.4 расширенная неопределенность (expanded uncertainty): Величина, определяющая интервал вокруг математического ожидания результата измерения, который содержит большую часть распределения значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине.

Примечание 1 — Долю распределения, охватываемую интервалом, можно рассматривать как вероятность охвата или уровень доверия для данного интервала.

Примечание 2 — Чтобы сопоставить интервалу, рассчитанному через расширенную неопределенность, некоторые значения уровня доверия, необходимо сделать в явном или неявном виде предположение о форме распределения вероятностей результатов измерений и их суммарной стандартной неопределенности (3.2). Уровень доверия, поставленный в соответствие этому интервалу, может соответствовать действительности только в той мере, в которой оправдано сделанное предположение о форме распределения.

Примечание 3 — В рекомендациях [20] расширенная неопределенность названа общей неопределенностью.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, 2.3.5]

3.5 прецизионность (precision): Близость независимых результатов испытаний/измерений, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Примечание 1 — Прецизионность зависит от распределения случайных ошибок и не связана ни с истинным, ни с установленным значениями.

Примечание 2 — Мету прецизионности обычно выражают в терминах неточности и вычисляют как стандартное отклонение результатов испытаний/измерений. Меньшая прецизионность соответствует большему стандартному отклонению.

Примечание 3 — Количественные значения меры прецизионности существенно зависят от принятых условий. Условия повторяемости (3.7) и условия воспроизводимости (3.10) являются примерами крайних вариантов принятых условий.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.4]

3.6 повторяемость (repeatability): Прецизионность (3.5) в условиях повторяемости (3.7).

Примечание — Повторяемость может быть выражена количественно в виде характеристики разброса результатов наблюдений.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.5]

3.7 условия повторяемости (repeatability conditions): Условия наблюдений, при которых независимые результаты испытаний/измерений получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний/измерений, в одной и той же лаборатории, с применением одних и тех же средств испытаний/измерений, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого периода времени.

¹⁾ Применительно к измерениям под ошибкой следует понимать «погрешность».

Примечание — Условия повторяемости предполагают использование одних и тех же:

- процедур измерений или испытаний;
- операторов;
- измерительного и испытательного оборудования, используемого в одних и тех же условиях;
- расположений оборудования;
- повторений в течение короткого периода времени.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.6]

3.8 стандартное отклонение повторяемости (repeatability standard deviation): Стандартное отклонение результатов испытаний/измерений, полученных в условиях повторяемости (3.7).

Примечание 1 — Стандартное отклонение повторяемости является мерой рассеяния результатов испытаний или измерений в условиях повторяемости.

Примечание 2 — Аналогично могут быть введены и использованы в качестве меры рассеяния результатов испытаний или измерений в условиях повторяемости «дисперсия повторяемости» и «коэффициент вариации повторяемости».

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.7]

3.9 воспроизводимость (reproducibility): Прецизионность (3.5) в условиях воспроизводимости (3.10).

Примечание 1 — Воспроизводимость может быть выражена количественно в виде характеристик разброса результатов.

Примечание 2 — Под результатами обычно понимают исправленные (скорректированные) результаты.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.10]

3.10 условия воспроизводимости (reproducibility conditions): Условия, при которых независимые результаты испытаний/измерений получены одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний/измерений, в разных лабораториях с применением различных средств испытаний/измерений, разными операторами с использованием различного оборудования.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.11]

3.11 стандартное отклонение воспроизводимости (reproducibility standard deviation): Стандартное отклонение результатов испытаний или измерений, полученных в условиях воспроизводимости (3.10).

Примечание 1 — Стандартное отклонение воспроизводимости является мерой рассеяния результатов испытаний или измерений в условиях воспроизводимости.

Примечание 2 — Аналогично могут быть введены и использованы в качестве меры рассеяния результатов испытаний или измерений в условиях воспроизводимости «дисперсия воспроизводимости» и «коэффициент вариации воспроизводимости».

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.12]

3.12 стандартная неопределенность (standard uncertainty): Неопределенность (3.14) результата измерения, выраженная в виде стандартного отклонения.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, 2.3.1].

3.13 правильность (trueness): Близость математического ожидания результатов испытаний или измерений к истинному значению.

Примечание 1 — В качестве меры правильности обычно используют смещение (3.1).

Примечание 2 — Правильность иногда трактуют как «точность среднего». Применение такого термина не рекомендуется.

Примечание 3 — На практике в качестве истинного значения обычно используют принятое опорное значение.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.3]

3.14 неопределенность (измерения) (uncertainty): Параметр, относящийся к результату измерения и характеризующий разброс значений, которые могли быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

Примечание 1 — Параметром может быть, например, стандартное отклонение (или величина, пропорциональная стандартному отклонению) или полуширина интервала, которому соответствует заданный уровень доверия.

Примечание 2 — Неопределенность измерения, как правило, включает в себя много составляющих. Некоторые из них могут быть оценены из статистического распределения результатов ряда измерений и описаны выборочными стандартными отклонениями. Другие составляющие, которые также могут быть описаны стандартными отклонениями, оценивают, исходя из основных предположений или иной информации о виде закона распределения.

Примечание 3 — Предполагается, что результат измерения является лучшей оценкой измеряемой величины, а все составляющие неопределенности, включая обусловленные систематическими воздействиями (разного рода поправками, используемыми эталоном сравнения), вносят свой вклад в разброс значений измеряемой величины.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008, 2.2.3]

3.15 бюджет неопределенности (uncertainty budget): Перечень источников неопределенности (3.14) с соответствующими им стандартными неопределенностями, составленный для определения оценки суммарной стандартной неопределенности (3.2) результата измерений.

Примечание — Перечень обычно включает в себя дополнительную информацию, такую как коэффициент чувствительности (изменчивость результатов в зависимости от изменчивости воздействия на результат), число степеней свободы, соответствующее каждой стандартной неопределенности, и идентификацию методов оценки каждой стандартной неопределенности в терминах оценок типа A или типа B (см. Руководство ИСО/МЭК 98-3).

4 Обозначения

В настоящем стандарте использованы следующие обозначения:

- a — свободный член эмпирической функции $\hat{s}_R = a + bm$, указывающий отрезок, отсекаемый этой прямой на оси ординат;
- B — лабораторная составляющая смещения;
- b — угловой коэффициент эмпирической функции $\hat{s}_R = a + bm$;
- c — коэффициент эмпирической функции $\hat{s}_R = cm^d$;
- c_i — коэффициент чувствительности $\partial y / \partial x_i$;
- d — показатель степени эмпирической функции $\hat{s}_R = cm^d$;
- e — случайная погрешность результата измерений в условиях повторяемости;
- k — числовой коэффициент, на который умножают суммарную стандартную неопределенность u при определении расширенной неопределенности U (коэффициент охвата);
- l — номер лаборатории;
- m — математическое ожидание (среднее) измеряемой величины;
- N — количество составляющих, используемых при вычислении суммарной неопределенности;
- n' — количество объединяемых составляющих при вычислении суммарной неопределенности в дополнение к совместно исследуемым данным;
- n_l — количество повторений, выполняемых лабораторией l при исследовании сертифицированного образца сравнения;
- n_r — количество повторений измерения;
- p — количество лабораторий;
- Q — количество объектов испытаний из большей (по количеству) партии;
- q — количество назначенных величин в соответствии с принятым соглашением в процессе совместных исследований;
- r_{ij} — коэффициент корреляции x_i и x_j ;
- s_b — стандартное отклонение межгрупповой составляющей дисперсии;
- s_D — оценочное или экспериментальное стандартное отклонение результатов наблюдений, полученных повторными измерениями на образце сравнения, используемом при контроле смещения;
- s_{inh} — стандартное отклонение, обусловленное неоднородностью образца;
- s_l — оценка стандартного отклонения повторяемости с ν_l степенями свободы для l -й лаборатории при верификации повторяемости;
- s_L — экспериментальное или оценочное внутрилабораторное стандартное отклонение;
- \hat{s}_L — скорректированная оценка стандартного отклонения типа B, когда s_L зависит от переменной отклика;
- s_r — оценка внутрилабораторного стандартного отклонения; оценка стандартного отклонения для e ;

- s'_t — скорректированная оценка внутрилабораторного стандартного отклонения, когда вклад зависит от переменной отклика;
- s_R — оценка стандартного отклонения воспроизводимости;
- s'_R — оценка стандартного отклонения воспроизводимости, скорректированная для лабораторной оценки стандартного отклонения повторяемости;
- \hat{s}_R — скорректированная оценка стандартного отклонения воспроизводимости, вычисленная по эмпирической модели, когда вклады зависят от переменной отклика;
- s_w — оценка внутрилабораторного стандартного отклонения, полученная на основе повторных измерений или других исследований повторяемости;
- s_{δ} — оценка стандартного отклонения оценки смещения $\hat{\delta}$, полученная при межлабораторных исследованиях;
- $s(\Delta_y)$ — лабораторное стандартное отклонение разностей, определяемых при сравнении обычного для лаборатории метода с заданным методом или с величинами, назначенными в соответствии с принятым соглашением;
- $u(\hat{\delta})$ — неопределенность, соответствующая $\hat{\delta}$, вызванная неопределенностью оценки δ , по измерениям эталона или образца сравнения с паспортным значением $\hat{\mu}$;
- $u(\hat{\mu})$ — неопределенность, соответствующая паспортному значению $\hat{\mu}$;
- $u(x_i)$ — неопределенность, соответствующая входному значению x_i , а также неопределенность, соответствующая x'_i , где x_i и x'_i отличаются только константой;
- $u(y)$ — суммарная стандартная неопределенность, соответствующая y ;
- $u_i(y)$ — вклад в суммарную неопределенность y , соответствующий значению x_i ;
- $u(y_i)$ — суммарная стандартная неопределенность результата или назначенного значения y_i ;
- $u(Y)$ — суммарная неопределенность результата $Y = f(y_1, y_2, \dots)$;
- u_{inh} — неопределенность, соответствующая неоднородности выборки;
- U — расширенная неопределенность, равная стандартной неопределенности u , умноженной на k ;
- $U(y)$ — расширенная неопределенность y ;
- x_i — значение i -й входной величины при определении результата;
- x'_i — отклонение i -й входной величины от номинального значения x ;
- Y — объединенный результат, представляющий собой функцию других результатов y_i ;
- y_i — результат испытаний i -го объекта заданным методом при сравнении методов или назначенного значения со значениями, установленными в соответствии с принятым соглашением;
- \hat{y}_i — результат испытаний i -го объекта обычным методом при сравнении методов;
- Δ — лабораторное смещение;
- Δ_i — оценка смещения i -й лаборатории, равная среднему лаборатории m минус паспортное значение $\hat{\mu}$;
- $\bar{\Delta}_y$ — среднее смещение лаборатории при сравнении обычного метода с заданным методом или со значениями, назначенными в соответствии с принятым соглашением;
- δ — смещение, присущее используемому методу измерений;
- $\hat{\delta}$ — оценка смещения метода измерений;
- μ — неизвестное математическое ожидание идеального результата;
- $\hat{\mu}$ — паспортное значение образца сравнения;
- σ_0 — стандартное отклонение для проверки квалификации;
- σ_D — истинное значение стандартного отклонения результатов наблюдений, полученных на основе повторных измерений на образце сравнения, используемом при контроле смещения;
- σ_L — межлабораторное стандартное отклонение; стандартное отклонение типа B;

- σ_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, стандартное отклонение e ;
 σ_w — стандартное отклонение в пределах группы;
 σ_{w0} — стандартное отклонение, необходимое для адекватной работы (см. Руководство ИСО 33);
 ν_{eff} — число эффективных степеней свободы для стандартного отклонения или неопределенности, соответствующей результату y_i ;
 ν_i — число степеней свободы, соответствующее i -му вкладу в неопределенность;
 ν_l — число степеней свободы, соответствующее оценке s_l стандартного отклонения для лаборатории l при верификации повторяемости.

5 Принципы

5.1 Отдельные результаты и свойства процесса измерений

5.1.1 Неопределенность измерений относят к отдельным результатам измерений. Повторяемость, воспроизводимость и правильность относят к выполнению процесса измерений или испытаний. При проведении анализа неопределенности в соответствии с ИСО 5725 (все части) процесс измерений или испытаний должен быть единым методом измерений, используемым всеми лабораториями, принимающими участие в исследовании. Следует заметить, что в настоящем стандарте под методом измерений понимают единственную полностью детализованную процедуру (как определено в Руководстве ИСО/МЭК 99:2007, 2.6). В настоящем стандарте предполагается, что графики показателей функционирования процесса, полученные при исследовании выполнения метода, соответствуют всем отдельным результатам измерений, полученным с использованием данного процесса. Это предположение требует подтверждающих доказательств в виде соответствующих данных контроля и обеспечения качества выполнения процесса измерений (раздел 7).

5.1.2 В некоторых случаях может потребоваться учитывать различия между отдельными объектами испытаний. Однако в этом случае нет необходимости в проведении специальных детальных исследований неопределенности для каждого объекта испытаний при наличии устойчивого процесса измерений с известными характеристиками.

5.2 Применение данных воспроизводимости

Применение настоящего стандарта основано на двух принципах:

- стандартное отклонение воспроизводимости, полученное при совместных исследованиях, является основой для оценки неопределенности измерений (см. A.2.1);
- воздействия, не наблюдаемые в процессе совместных исследований, должны быть незначительными или должны быть учтены. Данный принцип является расширением основной модели, используемой для совместных исследований (см. A.2.3).

5.3 Основные уравнения статистической модели

5.3.1 Статистическая модель, на которой основаны изложенные в настоящем стандарте методы оценки неопределенности, может быть записана в виде уравнения

$$y = \mu + \delta + B + \sum c_j x'_j + e, \quad (1)$$

где y — результат измерений, относительно которого предполагается, что он может быть вычислен по соответствующей функции;

- μ — (неизвестное) математическое ожидание идеальных результатов;
- δ — смещение, присущее методу измерений;
- B — лабораторная составляющая смещения;
- x'_j — отклонение от номинального значения x_j ;
- c_j — коэффициент чувствительности, равный dy/dx_j ;
- e — случайная погрешность в условиях повторяемости.

Предполагается, что B и e подчиняются нормальному распределению с нулевым средним и дисперсиями σ_B^2 и σ_e^2 соответственно. Эти предположения формируют модель, используемую в ИСО 5725-2 для совместного анализа данных.

Так как наблюдаемые стандартные отклонения смещения метода δ , лабораторного смещения B и случайных ошибок e полностью описывают разброс в условиях совместного исследования, сумма

$\sum c_i x_i'$ учитывает воздействия, которые вызывают отклонения, не включенные в δ , B или e , и, таким образом, эта сумма позволяет учесть влияние действий, которые не выполнялись в ходе совместных исследований.

Примерами таких действий являются:

а) подготовка объекта испытаний, выполняемая для каждого испытываемого объекта, выполненная до проведения совместных исследований;

б) формирование подвыборки в случае, когда объекты, подвергнутые совместному исследованию, были гармонизированы до проведения совместного исследования. Предполагается, что x_i' подчиняются нормальному распределению с нулевым математическим ожиданием и дисперсией $u^2(x_i')$.

Пояснения к этой модели приведены в приложении А.

Примечание — Погрешность обычно определяют как разность между установленным значением и результатом измерений. В GUM [16] «погрешность» (значение) отличают от «неопределенности» (разброса значений). При оценке неопределенности, однако, важно характеризовать разброс значений, вызванный случайными воздействиями, и включить его в модель. Для этого в уравнение (1) включают член с нулевым математическим ожиданием, характеризующий «погрешность».

Учитывая модель, описываемую уравнением (1), стандартную неопределенность $u(y)$ можно оценить, применяя уравнение

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_L^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i) + s_r^2, \quad (2)$$

где s_L^2 — оценка дисперсии B ;

s_r^2 — оценка дисперсии e ;

$u(\hat{\delta})$ — стандартная неопределенность, вызванная неопределенностью оценки δ , полученной на основе измерений эталона или образца сравнения с паспортным значением $\hat{\mu}$;

$u(x_i)$ — стандартная неопределенность, соответствующая x_i' .

Учитывая, что стандартное отклонение воспроизводимости s_R , задаваемое равенством $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$, можно заменить на $s_L^2 + s_r^2$, уравнение (2) можно привести к уравнению

$$u^2(y) = u^2(\hat{\delta}) + s_R^2 + \sum c_i^2 u^2(x_i). \quad (3)$$

5.4 Данные повторяемости

Данные повторяемости использованы в настоящем стандарте, прежде всего для проверки прецизионности, которая вместе с другими проверками подтверждает, что конкретная лаборатория может применять данные воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности. Данные повторяемости используют также при вычислении составляющей воспроизводимости в неопределенности (см. 7.3 и раздел 11).

6 Оценка неопределенности с использованием оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности

6.1 Процедура оценки неопределенности измерений

Принципы, на которых основан настоящий стандарт (см. 5.1), приводят к следующей процедуре оценки неопределенности измерений:

а) определение оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности метода на основе опубликованной информации о методе;

б) проверка непревышения лабораторным смещением, рассчитанным по измерениям, ожидаемого смещения, определенного на основе данных, полученных в соответствии с перечислением а);

с) проверка непревышения прецизионностью, полученной по текущим измерениям, ожидаемой прецизионности, полученной на основе оценок повторяемости и воспроизводимости, определенных в соответствии с перечислением а);

д) идентификация любых воздействий на измерение, которые не были учтены в процессе исследований в соответствии с перечислением а), и определение количественной оценки отклонений, которые могут вызывать эти воздействия, учитывая коэффициент чувствительности и неопределенность каждого из воздействий;

е) объединение оценки воспроизводимости (см. перечисление а)) с неопределенностью, соответствующей правильности (см. перечисления а) и б)) и результатами дополнительных воздействий (см. перечисление d)) для формирования оценки суммарной неопределенности, когда смещение и прецизионность находятся под контролем в соответствии с перечислениями б) и с).

Этапы этой процедуры описаны более подробно в разделах 7—11.

Примечание — В настоящем стандарте предполагается, что в случае, когда смещение является неконтролируемым, выполняют корректирующие действия для приведения процесса в устойчивое состояние.

6.2 Различия между фактической прецизионностью и ее ожидаемым значением

Если фактическая прецизионность отличается от ожидаемого значения прецизионности, полученного на основе исследований в соответствии с перечислением 6.1 а), должны быть учтены соответствующие вклады в неопределенность. В 8.5 описаны корректировки оценок воспроизводимости для общего случая, когда прецизионность приближенно пропорциональна уровню переменной отклика.

7 Установление соответствия данных выполнения метода результатам измерений для конкретного процесса измерений

7.1 Общие положения

По результатам совместных исследований определяют значения s_R , s_r и в некоторых случаях оценку смещения метода, на основе которых формируют спецификацию рабочих характеристик метода. При применении метода для установленных целей ожидается, что лаборатория продемонстрирует выполнение этих требований. В большинстве случаев для этого проводят исследования, направленные на подтверждение выполнения требований к повторяемости (см. 7.3) и лабораторной составляющей смещения (см. 7.2), а также регулярно проводят проверки правильности выполнения метода (контроль и обеспечение качества исполнения метода (см. 7.4)).

7.2 Демонстрация контролируемости лабораторной составляющей смещения

7.2.1 Общие требования

7.2.1.1 Лаборатория должна продемонстрировать, что соответствующее ей смещение при выполнении метода является контролируемым, т. е. лабораторная составляющая смещения не выходит за пределы смещения, полученного при совместных исследованиях. Далее предполагается, что контроль смещения выполнен на образцах материалов, значения характеристик которых близки к объектам исследования при обычных испытаниях. В тех случаях, когда материалы, используемые для проверки смещения, имеют значения характеристик, значительно отличающиеся от материалов, исследуемых при обычных испытаниях, итоговые вклады смещения в неопределенность должны быть скорректированы в соответствии с 8.4 и 8.5.

7.2.1.2 В общем случае проверка лабораторной составляющей смещения сводится к сравнению результатов, полученных в лаборатории, с некоторыми эталонными значениями и представляет собой оценку V . Уравнение (2) показывает, что неопределенность, связанная с изменениями V , характеризуется s_L , непосредственно входящей в s_R . Однако проверке смещения соответствует своя неопределенность, поэтому неопределенность сравнения в общем случае увеличивает неопределенность результатов, которые могут быть получены при применении метода. По этой причине важно гарантировать, что неопределенность, связанная с проверкой смещения, мала по сравнению с s_R (в идеале меньше, чем $0,2s_R$) и, следовательно, соответствующее увеличение неопределенности является незначительным. В этом случае, если свидетельства чрезмерной лабораторной составляющей смещения не обнаружены, уравнение (3) применяют без изменений. Если неопределенность, соответствующая проверке смещения, является большой, целесообразно увеличивать неопределенность, оцененную на основе уравнения (3), например, путем включения в суммарную неопределенность дополнительных членов (см. 3.15).

В тех случаях, когда из совместных исследований правильности известно, что смещение метода не является пренебрежимо малым, известное смещение метода следует учитывать при оценке лабораторного смещения, например, путем корректировки результатов на известное смещение метода.

7.2.2 Методы демонстрации контролируемости лабораторной составляющей смещения

7.2.2.1 Общие положения

Контролируемость смещения может быть продемонстрирована одним из методов, приведенных в 7.2.2.2—7.2.2.4. При всех проверках смещения, приведенных в настоящем стандарте, последовательно используют одни и те же общие критерии. Допускается применение более строгих методов проверки.

7.2.2.2 Исследование образца сравнения или эталона

Лаборатория l должна выполнить n_l повторных измерений на эталоне сравнения в условиях повторяемости, чтобы получить оценку смещения на нем Δ_l (равную среднему лаборатории m минус паспортное значение $\hat{\mu}$). При этом n_l следует выбирать так, чтобы неопределенность удовлетворяла неравенству $\sqrt{s_w^2/n_l} < 0,2s_R$. Следует заметить, что эталон сравнения в общем случае не является тем же эталоном, который использовали при оценке правильности метода. Кроме того, Δ_l , как правило, не равно B . Следуя Руководству ИСО 33 (с соответствующим изменением обозначений), процесс измерений выполняется адекватно, если

$$|\Delta_l| < 2\sigma_D \quad (4)$$

Для оценки σ_D из неравенства (4) используют оценку s_D , заданную уравнением (5)¹⁾:

$$s_D^2 = s_L^2 + \frac{s_W^2}{n_l} \quad (5)$$

где n_l — количество повторений лаборатории l ;

s_W — внутрилабораторное стандартное отклонение, полученное на основе n_l повторений или других исследований повторяемости;

s_L — межлабораторное стандартное отклонение, полученное при совместных исследованиях.

Выполнение неравенства (4) является подтверждением того, что лабораторная составляющая смещения B находится в интервале значений, установленном при совместных исследованиях. Следует обратить внимание на то, что стандартный образец или эталон сравнения используют здесь для независимой проверки или в качестве контрольного материала, а не для калибровки.

Примечание 1 — Лаборатория может применять более строгий критерий, чем неравенство (4), используя коэффициент охвата менее 2 или выполняя более чувствительный метод на выявление смещения.

Примечание 2 — Эти процедуры предполагают, что неопределенность, соответствующая эталонному значению, мала по сравнению с σ_D .

7.2.2.3 Сравнение с заданным методом испытаний, обладающим известной неопределенностью

Лаборатории l необходимо провести испытания n_l объектов испытаний, применяя как заданный метод испытаний, так и метод испытаний, используемый лабораторией, получив, таким образом, n_l пар (y_i, \hat{y}_i) (y_i — результат применения заданного метода к i -му объекту, а \hat{y}_i — значение, полученное применением обычного для лаборатории метода испытаний для i -го объекта). Затем лаборатория должна вычислить соответствующее среднее смещение $\bar{\Delta}_y$, используя уравнение (6) и стандартное отклонение разностей $s(\Delta_y)$ (см. (7)):

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{n_l} \sum_{i=1}^{n_l} (\hat{y}_i - y_i) \quad (6)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{n_l - 1} \sum_{i=1}^{n_l} (\Delta_{y_i} - \bar{\Delta}_y)^2} \quad (7)$$

где $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$.

На практике значение n_l должно быть выбрано так, чтобы выполнялось неравенство $\sqrt{s^2(\Delta_y)/n_l} < 0,2s_R$. По аналогии с неравенством (4) и уравнением (5) процесс измерений удовлетворяет требованиям, если $|\bar{\Delta}_y| < 2s_D$, где $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/n_l$. В этом случае (3) используют без изменений.

Примечание 1 — Лаборатория может выбирать более строгий критерий, чем неравенство (4), используя коэффициент охвата менее 2 или применяя более чувствительный метод выявления смещения.

Примечание 2 — Эти процедуры предполагают, что стандартная неопределенность, соответствующая эталонному методу, мала по сравнению с σ_D и отклонения $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$ принадлежат к совокупности с постоянной дисперсией.

7.2.2.4 Использование метода при сравнении с другими лабораториями

Если l -я лаборатория участвует в дополнительных совместных исследованиях (например, при проверке квалификации в соответствии с ИСО/МЭК 17043), для которых она может оценивать смеще-

¹⁾ См. 4.3 ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 и 4.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

ние, данные этих исследований можно использовать для контроля смещения. Применяют два возможных варианта.

а) При выполнении испытаний используют эталон или стандартный образец с независимо приписанным значением и неопределенностью. Затем применяют процедуру 7.2.2.2 без изменений.

б) Проводят последовательную проверку соответствия q (≥ 1) заданных значений y_1, y_2, \dots, y_q . Лаборатория по результатам $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_q$ должна рассчитать среднее смещение $\bar{\Delta}_y$ в соответствии с уравнением (8) и стандартное отклонение $s(\Delta_y)$ (см. уравнение (9)):

$$\bar{\Delta}_y = \frac{1}{q} \sum_{i=1}^q (\hat{y}_i - y_i), \quad (8)$$

$$s(\Delta_y) = \sqrt{\frac{1}{q-1} \sum_{i=1}^q (\Delta_{y_i} - \bar{\Delta}_y)^2}, \quad (9)$$

где $\Delta_{y_i} = \hat{y}_i - y_i$.

Процесс измерений удовлетворяет требованиям, если $|\bar{\Delta}_y| < 2s_D$, где $s_D^2 = s_L^2 + s^2(\Delta_y)/q$. В этом случае (3) используют без изменений.

Примечание 1 — Эта процедура предполагает, что заданные значения основаны на количестве результатов, превышающем q , и обладают незначительной неопределенностью, а отклонения Δ_y принадлежат совокупности с постоянной дисперсией.

В некоторых программах проверки квалификации все значения \hat{y}_i преобразуют в z-значения ($z_i = (\hat{y}_i - y_i) / \sigma_0$), вычитая из \hat{y}_i приписанное значение y_i и деля разность на стандартное отклонение σ_0 (см. ИСО/МЭК 17043)¹⁾. В этом случае для проверки квалификации стандартное отклонение меньше или равно s_R для метода и среднее z-значений в пределах $\pm 2/\sqrt{q}$ для q приписанных значений обеспечивают достаточное свидетельство контролируемости смещения. Это удобно для вычислений и обеспечивает меньшую чувствительность к предположению о постоянстве дисперсии (см. примечание 1). Однако это обычно более строгий критерий, чем описанный в 7.2.2.4. Лаборатория может использовать более строгий критерий (см. примечание 2), но вычисления, установленные в 7.2.2.4, необходимы для проверки эквивалентности.

Примечание 2 — Лаборатория может использовать более строгий критерий, чем описанный в 7.2.2.4.

7.2.3 Выявление существенной лабораторной составляющей смещения

Как отмечено в разделе 1, настоящий стандарт применим только в тех случаях, когда лабораторная составляющая смещения находится под контролем. Если обнаружено чрезмерное смещение, предполагается, что должны быть предприняты необходимые действия для приведения смещения в границы требуемого диапазона до продолжения выполнения измерений. Такие действия обычно требуют проведения исследований и устранения причины, вызывающей смещение.

7.3 Верификация повторяемости

7.3.1 Испытательная лаборатория / должна продемонстрировать, что ее повторяемость согласуется со стандартным отклонением повторяемости, полученным при совместных исследованиях. Для демонстрации этого выполняют повторные испытания одного или нескольких соответствующих испытуемых образцов и получают (объединяя результаты при необходимости) стандартное отклонение повторяемости s_r с ν_r степенями свободы. Значение s_r необходимо сравнить со стандартным отклонением повторяемости s_p , полученным при совместных исследованиях, используя F-критерий с уровнем доверия 95 %. На практике следует выполнить такое количество повторений, чтобы получить $\nu_r \geq 15$.

7.3.2 Если s_r значительно больше s_p , лаборатория должна или идентифицировать и устранить соответствующие причины, либо использовать s_r вместо s_p во всех оценках неопределенности, рассчитанных с использованием настоящего стандарта. Следует обратить внимание, что это вызывает увеличение оценки стандартного отклонения повторяемости s_R , так как $s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$ должно быть заменено

¹⁾ См. также ГОСТ Р ИСО 13528—2011.

на $s'_R = \sqrt{s_L^2 + s_j^2}$ (s'_R является скорректированной оценкой стандартного отклонения воспроизводимости).

Если s_j значительно меньше s_r , лаборатория может также использовать s_j вместо s_r , получая меньшую оценку неопределенности.

Во всех исследованиях прецизионности важно подтверждать, что данные свободны от неизвестных смещений, и проверять постоянство стандартного отклонения s_W для различных объектов испытаний. Если стандартное отклонение s_W не постоянно, может быть полезно оценивать прецизионность отдельно для каждого класса объектов или построить общую модель (см. 8.5) этой зависимости.

Примечание — Если требуется сравнение с заданным значением прецизионности, в Руководстве ИСО 33 более детально описан соответствующий тест, основанный на $\chi_c^2 = (s_w/\sigma_{w0})^2$, в котором σ_{w0} соответствует требуемому значению прецизионности.

7.4 Продолжение верификации выполнения метода

Кроме предварительной оценки смещения и прецизионности лаборатория должна принимать необходимые меры для обеспечения статистической управляемости процедуры измерений. Для этого проводят:

- соответствующий контроль качества выполнения метода измерений, включая регулярные проверки смещения и прецизионности. Для этих проверок в качестве объектов испытаний могут быть использованы любые уместные стабильные однородные объекты или материалы. Настоятельно рекомендуется использование контрольных карт (см. ИСО 5725-5 и ИСО 5725-6);
- мероприятия по обеспечению качества выполнения метода измерений, включая привлечение обученного и квалифицированного персонала, предусмотренные системой менеджмента качества.

При использовании контрольных карт стандартное отклонение наблюдений за рассматриваемый период времени должно быть меньше S'_R , вычисленного в соответствии с 7.3.2, если прецизионность и смещение находятся под контролем.

8 Учет особенностей объекта испытаний

8.1 Общие положения

В совместных исследованиях или при оценке промежуточных показателей прецизионности в соответствии с ИСО 5725-2 и ИСО 5725-3 обычно проводят измерения на ограниченном количестве типов однородных материалов или образцов. Это является обычной практикой для разделения подготовленных для измерений материалов. Однако объекты испытаний могут иметь широкий диапазон возможных изменений, что может требовать дополнительной их обработки до испытаний. Например, образцы для экологических испытаний часто поставляют высушенными и гомогенизированными. Обычные образцы, как правило, являются влажными, неоднородными и грубо разделенными. Соответственно необходимо исследовать образцы и, если необходимо, учитывать различия в их состоянии.

8.2 Отбор выборки

8.2.1 Процесс отбора выборки

Совместные исследования редко включают этап отбора выборки (образцов). Если метод, используемый внутри лаборатории, включает формирование подвыборки, а также при регулярном применении процедуры оценки свойств большого объема материала по выборке малого объема, влияние процедуры отбора выборки необходимо исследовать. При этом полезно использовать документацию по отбору выборки, например ИСО 11648-1 или другие стандарты.

8.2.2 Неоднородность (негомогенность)

Неоднородность обычно исследуют экспериментально с применением дисперсионного анализа (ANOVA)¹⁾ к нескольким объектам испытаний, для которых составляющая дисперсии s_{inh}^2 , описывающая разброс между объектами, характеризует неоднородность. Если после всех установленных действий по гомогенизации испытываемые материалы признаны существенно неоднородными, эту оценку дисперсии следует преобразовать непосредственно в стандартную неопределенность (т. е. $u_{inh} = s_{inh}$).

¹⁾ Принятая в международной практике аббревиатура для обозначения дисперсионного анализа (Analysis of Variance).

В некоторых обстоятельствах, особенно когда стандартное отклонение неомогенности найдено по выборке из Q объектов, отобранных из партии, а средний результат предполагается применять к другим объектам партии, вклад неопределенности оценивают на основе предикционного интервала (т. е. $u_{inh} = s_{inh} \sqrt{(Q+1)/Q}$). Влияние неомогенности можно также оценить теоретически, используя знание процесса отбора выборки и предположения о распределении, соответствующем выборке.

8.3 Подготовка и предварительная обработка

В большинстве исследований образцы являются гомогенными и дополнительно могут быть подвергнуты стабилизации до распределения по лабораториям. Могут потребоваться исследования, позволяющие учитывать воздействия специфических процедур предварительной обработки внутри лаборатории. Как правило, такие исследования устанавливают воздействие этой процедуры на результаты измерений на исследуемых материалах с приблизительно или точно установленными свойствами. Результатом воздействия может быть изменение разброса или появление систематических воздействий. Существенные изменения разброса следует устранять прибавлением соответствующей составляющей к бюджету неопределенности (предполагая, что воздействия увеличивают разброс). Если выявлены существенные систематические воздействия, наиболее удобно устанавливать соответствующий верхний предел. Следуя рекомендациям GUM, этот предел можно рассматривать как границу прямоугольного или другого ограниченного симметричного распределения, а оценку стандартной неопределенности можно задавать в виде половины длины области изменений функции распределения, деленной на соответствующий коэффициент.

8.4 Изменение типа объекта испытаний

При необходимости следует исследовать неопределенность, являющуюся результатом изменения типа или состава объекта испытаний по сравнению с используемыми в совместных исследованиях. Как правило, подобные воздействия должны быть предсказаны на основе установленных воздействий, объемных свойств материала (которые дают оценку неопределенности, полученную в соответствии с GUM) или исследованы введением систематических или случайных изменений типа или состава объекта испытаний (см. приложение В).

8.5 Изменение неопределенности в зависимости от уровня переменной отклика

8.5.1 Корректировка s_R

Как правило, некоторые или большая часть составляющих неопределенности измерений зависят от измеренного значения. В ИСО 5725-2 рассмотрено три простых случая, когда стандартное отклонение воспроизводимости для положительной величины m может быть приближенно описано одной из следующих моделей:

$$\hat{s}_R = bm; \quad (10)$$

$$\hat{s}_R = a + bm; \quad (11)$$

$$\hat{s}_R = cm^d, \quad (12)$$

где \hat{s}_R — скорректированная оценка стандартного отклонения воспроизводимости, рассчитанная по приближенной модели;

a , b , c и d — эмпирические коэффициенты, полученные на основе пяти или большего количества различных объектов испытаний с различными средними откликами m (a , b и c являются положительными).

При использовании формул (10)—(12) оценка неопределенности должна быть основана на оценке воспроизводимости, рассчитанной с использованием соответствующей модели.

В условиях 7.3 оценка \hat{s}_R должна учитывать измененный вклад члена s_r , отражающего вклад повторяемости. В большинстве случаев имеет место простое пропорциональное изменение s_R :

$$s'_R = (a + bm) \frac{\sqrt{s_L^2 + s_I^2}}{\sqrt{s_L^2 + s_W^2}}, \quad (13)$$

где s'_R имеет то же самое значение, как и в 7.3.

8.5.2 Изменение других вкладов в неопределенность

В общем случае если любой вклад в неопределенность изменяется в соответствии с измеренным значением переменной отклика предсказуемым способом, соответствующая стандартная неопределенность u должна быть откорректирована.

Примечание — Если вклады в неопределенность прямо пропорциональны y , часто бывает удобно выражать все существенные воздействия в терминах мультипликативных воздействий на y , а всю неопределенность — в форме относительных стандартных отклонений.

9 Дополнительные факторы

В разделе 8 рассмотрены основные факторы, различающиеся в совместных исследованиях и обычных испытаниях. Возможно, что в специфических случаях могут проявляться другие воздействия. Это может быть вызвано тем, что контролируемые переменные случайно или преднамеренно рассматривались как постоянные в процессе совместного исследования, или тем, что при совместных исследованиях не был выполнен полный диапазон условий, достижимых в обычной практике.

Воздействия факторов, которые считаются постоянными или которые недостаточно изменяются при совместных исследованиях, следует оценивать отдельно либо в процессе экспериментального изменения, либо в соответствии с прогнозом на основе теоретических моделей. В тех случаях, когда воздействия являются существенными, неопределенность, связанную с соответствующими факторами, необходимо оценить, зарегистрировать и объединить с другими вкладами обычным способом (т. е. суммировать в соответствии с уравнением (3)).

10 Общее выражение для суммарной стандартной неопределенности

При оценке суммарной стандартной неопределенности $u(y)$, соответствующей результату y и необходимости использовать скорректированную оценку \hat{s}_R^2 вместо s_R^2 , для учета факторов, рассматриваемых в разделе 8, уравнение (3) принимает вид

$$u^2(y) = \hat{s}_R^2 + u^2(\hat{\delta}) + \sum_{i=1}^{n'} [c_i^2 u^2(x_i)]. \quad (14)$$

Значение $u(\hat{\delta})$ подсчитывают в соответствии с уравнением (15) (см. также (A.8)):

$$u(\hat{\delta}) = \sqrt{s_{\hat{\delta}}^2 + u^2(\hat{\mu})} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p} + u^2(\hat{\mu})}, \quad (15)$$

где p — количество лабораторий;

n — количество повторений в каждой лаборатории;

$u(\hat{\mu})$ — неопределенность, соответствующая паспортному значению $\hat{\mu}$, используемому для оценки смещения в лабораторных исследованиях.

Переменная $u(B)$ не использована в уравнении (14), потому что неопределенность s_i , соответствующая B , уже включена в \hat{s}_R^2 . Индекс i охватывает воздействия, идентифицированные в разделах 7 и 8 (индексы изменяются от 1 до n'). Очевидно, что если воздействия и соответствующие им неопределенности малы по сравнению с s_R , то ими можно пренебречь для большинства практических целей. Например, неопределенность менее $0,2s_R$ ведет к изменению менее чем на $0,02s_R$ оценки полной неопределенности.

Примечание 1 — Если все составляющие неопределенности выражены в форме относительных стандартных отклонений или процентов, как предложено в примечании к 8.5.2, формулы (14) и (15) могут быть применены непосредственно к относительным значениям, и полученная неопределенность $u(y)$ будет иметь форму относительного стандартного отклонения или процента.

Примечание 2 — Если смещение метода измерений рассматривают как пренебрежимо малое и при выполнении измерений на испытуемом образце используют ту же процедуру, что и при межлабораторном совместном исследовании, суммарная стандартная неопределенность принимает вид $u(y) = s_R$.

11 Бюджет неопределенности, основанный на данных совместных исследований

Настоящий стандарт использует только одну, приведенную в уравнении (3), модель для описания результатов измерений или испытаний. Информация, подтверждающая справедливость модели, может быть получена из различных источников, но если неопределенность, соответствующая испытаниям, остается незначительной, используют уравнение (3). Однако существует несколько различных ситуаций, для которых уравнение (3) принимает несколько иной вид, например, в случае, когда параметры воспроизводимости или повторяемости зависят от переменной отклика. В таблице 1 приведен бюджет неопределенности в случае, когда неопределенность не зависит от переменной отклика в исследуемом диапазоне, в таблице 2 приведен бюджет неопределенности в случае, когда неопределенность зависит от переменной отклика.

Т а б л и ц а 1 — Составляющие неопределенности, не зависящие от переменной отклика

Источник воздействия	Стандартная неопределенность ^а , соответствующая y	Примечание
δ	$u(\hat{\delta})$	Используют только в случае, если при совместных исследованиях установлена поправка на смещение и неопределенность является значимой
B	s_L	См. таблицу 2
e	s_r	Если среднее, полученное по n_r полных повторений метода ^б , применяют к объекту испытаний, неопределенность, соответствующая e , принимает вид: $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$
x_i	$ c_i u(x_i)$	См. раздел 8 и приложение В

^а Стандартную неопределенность выражают в тех же единицах, что и y . При необходимости она может быть выражена в относительных величинах (см. примечание к разделу 10).

^б Метод может устанавливать количество повторений n_r всего метода, включая все предусмотренные стадии метода.

Т а б л и ц а 2 — Составляющие неопределенности, зависящие от переменной отклика

Источник воздействия	Стандартная неопределенность ^{а, б} , соответствующая y	Примечание
δ	$\left \frac{\partial y}{\partial \delta} \right u(\hat{\delta})$	Используют только в случае, когда выявленное при совместном исследовании смещение устранено, а неопределенность является существенной. (Производную используют, чтобы охватить случаи, когда устранение смещения не сводится к простому сложению или вычитанию)
B	$\hat{s}_L = a_L + b_L m$	a_L и b_L — коэффициенты предполагаемой линейной зависимости между s_L и средним (математическим ожиданием) отклика m , аналогично (11). Данная форма применима только в случае, когда установлена зависимость s_L от m . В противном случае используют комбинированную оценку, соответствующую B и e_r из таблицы 1
e	$\hat{s}_r = a_r + b_r m$	a_r и b_r — коэффициенты предполагаемой линейной зависимости между s_r и средним (математическим ожиданием) отклика m , аналогично (9). Если среднее, полученное по n_r полных повторений метода, применяют к объекту испытаний, неопределенность, соответствующая e_r , принимает вид: $\hat{s}_r / \sqrt{n_r}$. Эта форма применима только в случае, когда установлена зависимость s_r от m . В противном случае используют объединенную оценку, соответствующую B и e , из таблицы 1

Окончание таблицы 2

Источник воздействия	Стандартная неопределенность ^a , b , соответствующая y	Примечание
B, e	$\hat{s}_R = bm$ $\hat{s}_R = a + bm$ $\hat{s}_R = cm^d$	a и b — коэффициенты линейных соотношений между s_R и средним переменной отклика m , как определено в (10), (11) и (12). Эту объединенную оценку следует использовать вместо отдельных оценок B и e (см. таблицу 1), когда отдельные зависимости s_L и s_p от m не установлены
x_j	$ c_j u(x_j)$	См. раздел 8 и приложение В
^a Стандартную неопределенность выражают в тех же единицах, что и y . При необходимости она может быть выражена в относительных величинах (см. примечание к разделу 10). ^b Предполагается простая линейная зависимость, соответствующая уравнению (11). ^c Метод может включать n повторений всего метода, включая все предусмотренные повторения.		

12 Оценка неопределенности суммарного результата

12.1 Суммарный результат Y формируют из совокупности результатов y_j различных испытаний, каждый из которых охарактеризован совместными исследованиями. Например, анализ состава мяса обычно включает определение содержания в мясе белка (рассчитанного путем определения содержания в мясе азота), жира и воды. При этом содержание каждой составляющей определяют соответствующим стандартным методом.

12.2 Стандартная неопределенность $u(y_j)$ для каждого результата y_j может быть получена на основе принципов, установленных в настоящем стандарте или непосредственно при использовании уравнения (A.1) или (A.2) соответственно. Если величины y_j независимы, суммарную стандартную неопределенность $u(Y)$ для результата $Y = f(y_1, y_2, \dots)$ вычисляют по формуле

$$u(Y) = \sqrt{\sum_i [c_i u(y_i)]^2}. \quad (16)$$

Если y_j не являются независимыми, должны быть сделаны предположения относительно корреляции в соответствии с GUM (также использующим уравнение (A.2)).

13 Представление информации о неопределенности

13.1 Общие положения

Неопределенность может быть представлена в виде суммарной стандартной неопределенности $u(y)$ или расширенной неопределенности $U(y) = k u(y)$ (k — коэффициент охвата) (см. 13.2 и GUM). В некоторых случаях удобно представить неопределенность в относительных величинах в виде коэффициента вариации или расширенной неопределенности в процентах от зарегистрированных значений результатов.

13.2 Выбор коэффициента охвата

13.2.1 Общие положения

При оценке расширенной неопределенности выполняют следующие действия для выбора коэффициента охвата k .

13.2.2 Уровень доверия

Для практических целей должно быть указано значение расширенной неопределенности, соответствующее уровню доверия 95 %. Однако выбор уровня доверия зависит от диапазона факторов, таких как критичность и последствия применения неправильных результатов. Эти факторы вместе со всеми рекомендациями или юридическими требованиями, касающимися применения, должны быть рассмотрены при выборе k .

13.2.3 Число степеней свободы, соответствующих оценке

13.2.3.1 Для большинства практических целей, когда требуется уровень доверия 95 % и число степеней свободы в доминирующих составляющих неопределенности превышает 10 (>10), выбор $k = 2$

обеспечивает достаточно надежный охват вероятного диапазона значений. Однако есть обстоятельства, в которых это приводит к существенно заниженной оценке, особенно когда один или более значимых членов уравнения (14) имеют число степеней свободы менее 7.

13.2.3.2 Если один такой член $u_i(y)$ с v_i степенями свободы доминирует (признаком является выполнение неравенства $u_i(y) \geq 0,7u(y)$), обычно достаточно выбрать v_i в качестве эффективного числа степеней свободы v_{eff} , соответствующего $u(y)$.

13.2.3.3 Если несколько значимых членов имеют приблизительно равную величину и число степеней свободы, удовлетворяющее условию $v_i < 10$, для получения эффективных значений числа степеней свободы v_{eff} следует применять уравнение Велча-Саттервейта (см. уравнение (17)):

$$\frac{u^4(y)}{v_{\text{eff}}} = \sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i} \quad (17)$$

Значение k в этом случае выбирают на основе v_{eff} , используя значение квантиля двустороннего распределения Стьюдента t для требуемого уровня доверия и v_{eff} степеней свободы. Это наиболее безопасно при округлении нецелых значений v_{eff} до ближайшего меньшего целого числа.

Примечание — Во многих областях измерений и испытаний для нормального распределения частота статистических выбросов является достаточно высокой, поэтому применение высоких уровней доверия (>95 %) без хорошего знания распределения не рекомендуется.

14 Сравнение данных выполнения метода и неопределенности

14.1 Основные предположения

Оценка неопределенности измерений в соответствии с настоящим стандартом обеспечивает суммарную стандартную неопределенность, которая, хотя и основывается прежде всего на оценках воспроизводимости или промежуточной прецизионности, отдает должное факторам, которые не изменяются в процессе исследований, в которых эти оценки прецизионности получены. В идеале итоговая суммарная стандартная неопределенность $u(y)$ должна быть идентична неопределенности, полученной на основе детальной математической модели процесса измерений. Сравнение этих двух оценок, если это возможно, обеспечивает полезную проверку качества оценки. Рекомендованная процедура описана в 14.2.

Процедура основана на двух важных предположениях:

- во-первых, оценку суммарной стандартной неопределенности $u(y)$ с v_{eff} степенями свободы обычно определяют в предположении о нормальном распределении наблюдений (это означает, что $(n-1)(s^2/\sigma^2)$ подчиняется χ^2 распределению с $(n-1)$ степенями свободы). Это предположение позволяет использовать F-критерий. Однако, поскольку суммарная стандартная неопределенность может включать неопределенность, связанную с величинами, описываемыми распределениями различной формы с различными дисперсиями, результаты испытаний необходимо рассматривать как индикатор, а уровень доверия следует выбирать с необходимой осторожностью;

- во-вторых, обычно предполагают, что две сопоставляемые оценки суммарной стандартной неопределенности полностью независимы. Это также маловероятно на практике, так как некоторые факторы могут быть общими для обеих оценок. Более тонкие воздействия являются предметом исследований для выявления влияния составляющей неопределенности, соответствующей выполнению работ в разных лабораториях. Предполагается, что приняты необходимые меры предосторожности, чтобы избежать этого воздействия. Если значимые факторы являются общими для обеих оценок суммарной стандартной неопределенности, очевидно, что сопоставление оценок будет значительно чаще выявлять их аналогию. В этом случае, если последовательные испытания не позволяют выявлять существенных различий, результаты не следует трактовать как свидетельство адекватности модели измерений.

14.2 Процедура сравнения

Для сравнения двух оценок $u(y)_1$ и $u(y)_2$ ($u(y)_1 \geq u(y)_2$) с эффективными числами степеней свободы v_1 и v_2 , соответственно, и уровнем доверия $1-\alpha$ (например, для уровня доверия 95 % $\alpha = 0,05$) необходимо выполнить следующие действия:

- a) Вычислить $F = [u(y)_1/u(y)_2]^2$.
- b) Найти по таблицам или получить с помощью программного обеспечения одностороннее верхнее критическое значение $F_{\text{crit}} = F(\alpha/2, v_1, v_2)$. Если даны верхнее и нижнее значения, выбирают верхнее значение, которое всегда больше 1;
- c) Если $F > F_{\text{crit}}$, то $u(y)_1$ следует считать значительно больше $u(y)_2$.

14.3 Причины различий

Существует много причин для существенного различия оценок суммарной стандартной неопределенности. Они включают:

- наличие различий в работе лабораторий;
- использование модели, не учитывающей влияния всех существенных воздействий на измерения;
- неверное определение оценки значимости вклада в суммарную стандартную неопределенность.

Приложение А
(справочное)

Подходы к оценке неопределенности

А.1 Подход GUM

В руководстве по выражению неопределенности измерений (GUM) установлена методология оценки неопределенности измерений результата y в соответствии с моделью процесса измерений. Методология GUM основана на рекомендациях Международной палаты мер и весов (BIPM) [20], в соответствии с которыми составляющие неопределенности оценивают либо на основе статистического анализа серии наблюдений (оценка типа А), либо другими способами (оценка типа В), например используя данные публикаций о неопределенности стандартных образцов, эталонов, измерений или, при необходимости, о мнениях специалистов. Отдельные составляющие выражают в виде стандартных отклонений и, при необходимости, затем объединяют.

Выполнение рекомендаций BIPM в GUM начинают с построения модели измерений в виде функции $y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$, связывающей результат измерений y с входными величинами x_i . Тогда в случае независимых входных величин GUM дает неопределенность $u(y)$ в виде

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)}, \quad (\text{A.1})$$

где c_i — коэффициент чувствительности $c_i = \partial y / \partial x_i$ (частная производная y по x_i);

$u(x_i)$ и $u(y)$ — стандартные неопределенности (неопределенности измерений в виде стандартных отклонений) x_i и y соответственно.

Если входные величины не являются независимыми, выражение для неопределенности является более сложным:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1, j \neq i}^N c_i c_j u(x_i, x_j)}, \quad (\text{A.2})$$

где $u(x_i, x_j)$ — ковариация между x_i и x_j ;

c_i и c_j — коэффициенты чувствительности, соответствующие (A.1).

На практике часто ковариацию выражают через коэффициент корреляции r_{ij}

$$u(x_i, x_j) = u(x_i) u(x_j) r_{ij} \quad (\text{A.3})$$

где $-1 \leq r_{ij} \leq 1$.

В случаях, учитывающих нелинейность модели измерений, в (A.1) включают члены более высокого порядка. Эта ситуация более подробно описана в GUM.

После вычисления суммарной стандартной неопределенности с использованием (A.1)—(A.3) расширенную неопределенность определяют, умножая $u(y)$ на коэффициент охвата k , который выбирают на основе числа степеней свободы для $u(y)$. Более подробно это описано в разделе 13.

В подходе GUM существует неявное предположение, что входные данные измерены или назначены. Если существуют воздействия (например, воздействие оператора), которые могут быть не определены через измеримые величины, удобно сформировать дополнительную стандартную неопределенность $u(y)$, которая учитывает такие воздействия, или ввести дополнительные переменные в $f(x_1, x_2, \dots, x_N)$.

Из-за ориентации на входные величины этот подход иногда называют восходящим подходом оценки неопределенности.

Физическая интерпретация $u(y)$ не является однозначной. Поскольку при оценке неопределенности могут быть использованы экспертные оценки, то $u(y)$ можно рассматривать как функцию, характеризующую «степень доверия». Можно получить более четкую физическую интерпретацию, заметив, что вычисления, выполненные для определения $u(y)$, приводят к значению стандартного отклонения, которое было бы получено, если бы все входные переменные изменялись случайным образом в соответствии с принятыми для них распределениями.

А.2 Принцип совместных исследований

А.2.1 Основная модель

Планирование эксперимента при совместных исследованиях, их организация и статистическая обработка подробно описаны в ИСО 5725-1 — ИСО 5725-6. Самая простая модель, лежащая в основе статистической обработки данных совместных исследований, задана уравнением (обозначения по ИСО 5725)

$$y = m + B + e, \quad (\text{A.4})$$

где m — математическое ожидание y ;

B — лабораторная составляющая смещения в условиях повторяемости и предположения о нормальном распределении со средним 0 и стандартным отклонением σ_L ;

e — случайная погрешность в условиях повторяемости и предположения о нормальном распределении со средним 0 и стандартным отклонением σ_w .

Кроме того, предполагается, что B и e некоррелированы.

Применение (A.1) к простой модели дает (A.5) для единственного результата y :

$$u^2(y) = u^2(B) + u^2(e). \quad (\text{A.5})$$

Поскольку σ_L^2 и σ_w^2 являются дисперсиями, соответствующими B и e , и их оценивают с помощью дисперсии между лабораториями s_L^2 и дисперсии повторяемости s_r^2 , полученными в процессе межлабораторных исследований, так, что $u(B) = s_L$ и $u(e) = s_r$, возможно получить выражение (A.6) для суммарной стандартной неопределенности результата $u(y)$:

$$u^2(y) = s_L^2 + s_r^2. \quad (\text{A.6})$$

По сравнению с ИСО 5725-2 уравнение (A.6) представляет собой лишь оценку стандартного отклонения воспроизводимости s_R .

Так как этот подход ориентируется на полное выполнение метода, его называют иногда нисходящим подходом.

Следует учитывать, что каждая лаборатория вычисляет свою оценку по уравнению $y = f(x_1, x_2, \dots)$, полагая ее наилучшей оценкой измеряемой величины y для лаборатории. Тогда, если $y = f(x_1, x_2, \dots)$ — общая модель, используемая для описания поведения измерительной системы, то, следовательно, при вычислении m предполагается, что дисперсии, характеризующиеся оценками s_L и s_r , являются результатом изменения величин x_1, \dots, x_n . Если предполагается, что условия воспроизводимости обеспечиваются для случайной величины при всех существенных воздействиях и применяется физическая интерпретация $u(y)$, приведенная выше, то из этого следует, что $u(y)$ в уравнении (A.6) является оценкой $u(y)$, описанной (A.1) или (A.2).

Стандартное отклонение воспроизводимости, полученное в совместном исследовании, является основой для оценки неопределенности измерений (первый принцип, на котором основан настоящий стандарт).

A.2.2 Включение данных правильности

Правильность в общем случае характеризуют смещением относительно принятого опорного значения. В некоторых совместных исследованиях правильность метода в конкретной системе измерений (обычно СИ) исследуют путем анализа аттестованного стандартного образца (CRM¹⁾) или эталона единицы физической величины с паспортным значением μ , выраженным в единицах этой системы (ИСО 5725-4). Итоговая статистическая модель имеет вид

$$y = \hat{\mu} + \delta + B + e, \quad (\text{A.7})$$

где $\hat{\mu}$ — паспортное значение;

δ — смещение метода.

Совместное исследование может дать оценку смещения $\hat{\delta}$ со стандартным отклонением $s_{\hat{\delta}}$, рассчитанным по формуле

$$s_{\hat{\delta}} = \sqrt{\frac{s_R^2 - (1 - 1/n)s_r^2}{p}}, \quad (\text{A.8})$$

где p — количество лабораторий;

n — количество повторений в каждой лаборатории.

Неопределенность $u(\hat{\delta})$, соответствующая этому смещению, задается уравнением

$$u^2(\hat{\delta}) = s_{\hat{\delta}}^2 + u^2(\hat{\mu}), \quad (\text{A.9})$$

где $u(\hat{\mu})$ — неопределенность, соответствующая паспортному значению $\hat{\mu}$, используемому для оценки правильности при совместном исследовании.

Если смещение, оцененное в процессе испытаний, используют при вычислении результатов в лабораториях, соответствующую ему неопределенность (если она является значительной) следует включать в бюджет неопределенности.

A.2.3 Другие воздействия. Объединенная модель

На практике s_R и $u(\hat{\delta})$ не обязательно включают все изменения, влияющие на результаты измерений. Отсутствие некоторых важных факторов вызвано характером совместных исследований; некоторые факторы могут отсутствовать или не оцениваться случайно или в соответствии с планом эксперимента. Второй принцип, на котором основан настоящий стандарт, состоит в том, что воздействия, не наблюдаемые в процессе совместного исследования, или являются незначительными, или должны быть учтены.

¹⁾ CRM — certified reference material.

Проще всего учесть эти воздействия, рассматривая воздействия отклонений x'_i от номинальных значений x_i , необходимых для определения оценки y , предполагая приближенную линейность этих воздействий. Объединенная модель может быть описана уравнением

$$y = \hat{\mu} + \delta + B + \sum c_i x'_i + e. \quad (\text{A.10})$$

Суммирование ведется по всем воздействиям, кроме представленных B , δ и e .

Примеры таких воздействий могут включать воздействия отбора выборки, подготовки пробы и изменения состава или типа отдельных испытываемых образцов. В строгом смысле это линеаризованная форма самой общей модели. При необходимости можно включать в нее члены более высокого порядка или члены, учитывающие корреляцию, как описано в GUM.

Очевидно, что центрирование x'_i не оказывает влияния на $u(x_i)$, так как $u(x'_i) = u(x_i)$, из чего следует, что для оценки неопределенности, соответствующей y , можно использовать уравнение (A.10) и следующее уравнение:

$$u^2(y) = s_c^2 + s_e^2 + u^2(\delta) + \sum c_i^2 u^2(x_i). \quad (\text{A.11})$$

Суммирование ведется по воздействиям, не учтенным в других членах уравнения.

Следует отметить, что при оценке выполнения метода условия промежуточной прецизионности также могут быть описаны уравнением (A.10), хотя число членов суммы соответственно будет больше, поскольку по сравнению с условиями воспроизводимости в промежуточных условиях меньшее количество переменных меняется случайным образом. В общем случае уравнение (A.10) можно применять к любым условиям прецизионности, учитывая, что воздействия суммируются. В случае, когда s_r и s_L равны нулю, а неопределенность общего смещения не определена, уравнение (A.11) становится идентичным уравнению (A.1).

Из этого следуют два вывода:

- во-первых, необходимо продемонстрировать, что количественные данные, полученные из совместного исследования, согласуются с рассматриваемыми результатами испытаний;
- во-вторых, даже при согласованности данных совместного исследования для определения реальной оценки неопределенности с учетом дополнительных воздействий (x'_i в уравнении (A.10)) могут быть необходимы дополнительные исследования и предположения. При учете дополнительных воздействий предполагается применение уравнения (A.1).

И, наконец, в настоящем стандарте для утверждения, что надежную оценку неопределенности измерений можно получить на основе анализа данных повторяемости, воспроизводимости и правильности, полученных в соответствии с ИСО 5725-1 — ИСО 5725-6, использованы те же предположения, что и в перечисленных стандартах.

а) Если используются данные воспроизводимости, предполагается, что все лаборатории подобны по выполнению работ. В частности, их прецизионность повторяемости для данного объекта испытаний одинакова, а лабораторная составляющая смещения B в уравнении (A.10) соответствует тому же распределению, что и при совместных исследованиях.

б) Испытуемые материалы, используемые в исследовании, являются однородными и стабильными.

A.3 Сопоставление подходов

Приведенные рассуждения описывают два различных подхода к оценке неопределенности. Подход GUM описывает неопределенность в виде дисперсии, полученной на основе дисперсий входных данных, соответствующих математической модели. Другой подход использует тот факт, что, если одни и те же воздействия заметно изменяются в процессе исследования воспроизводимости, наблюдаемая дисперсия является оценкой исследуемой неопределенности. На практике значения неопределенности, полученные на основе различных подходов, различны для разных условий, включая:

- а) неполные математические модели (т. е. при наличии неизвестных воздействий);
- б) неполное или несущественное изменение всех воздействующих факторов в процессе оценки воспроизводимости.

Сравнение двух различных оценок поэтому полезно для оценки полноты модели измерений. Однако следует обратить внимание, что наблюдаемую повторяемость или другую оценку прецизионности очень часто рассматривают как отдельную составляющую неопределенности даже в подходе GUM. Точно так же индивидуальные воздействия обычно проверяют на их значимость или оценивают количественно до оценки воспроизводимости. На практике для оценки неопределенности часто используют некоторые элементы обоих подходов.

Когда оценка неопределенности для интерпретации сопровождается результатами, важно, чтобы пробелы в каждом подходе были заполнены. Возможности неполных моделей на практике обычно дополняют гарантированными оценками, расширяющими неопределенность модели. В настоящих рекомендациях для устранения неадекватных изменений входных воздействий рекомендуется определять оценки дополнительных воздействий. Это является гибридным подходом, объединяющим элементы и нисходящего и восходящего подходов.

Приложение В
(справочное)

Экспериментальная оценка неопределенности

В.1 Процедура оценки коэффициента чувствительности

Если входные величины x_i могут изменяться непрерывно по всему диапазону значений, рекомендуется исследовать воздействие таких изменений. Простая процедура, предполагающая приблизительно линейную зависимость результатов от x_i , следующая:

- a) выбирают диапазон изменения переменной x_i , который должен быть ориентирован на лучшую оценку (или на значение, характерное для указанного метода);
- b) выполняют всю процедуру измерений (или ту часть, которая касается x_i) в каждом из пяти или более уровней x_i с повторением, при необходимости;
- c) рассчитывают и изображают линейную модель в соответствии с результатами, используя x_i в качестве абсциссы, а результат измерений — в качестве ординаты;
- d) используют коэффициент чувствительности, равный угловому коэффициенту c_i , в уравнениях (A.1) или (14).

Этот подход может дать различные коэффициенты чувствительности для различных объектов испытаний. Это может быть преимуществом во всесторонних исследованиях конкретного объекта или класса объектов. При этом, если коэффициент чувствительности должен быть применен к большому диапазону различных ситуаций, важно убедиться, что различные объекты ведут себя аналогично.

В.2 Простая процедура оценки неопределенности, вызванной случайным воздействием

Если входные величины x_i являются дискретными и/или неконтролируемыми, соответствующую неопределенность можно определить на основе анализа экспериментов, в которых переменная изменяется случайным образом. Например, состав почвы в экологических исследованиях может иметь непредсказуемое воздействие на результаты анализа. Если случайные ошибки не зависят от уровня исследуемой величины, можно исследовать дисперсию ошибки, являющейся результатом таких изменений, используя серию объектов, для которых заданное значение или доступно, или, если изменение известно, может быть получено теоретически.

Общая процедура включает в себя следующее:

- a) выполнение полного измерения на представительном наборе объектов испытаний в условиях повторяемости, используя равное количество повторений для каждого объекта;
- b) вычисление разности с заданным значением для каждого наблюдения;
- c) проведение анализа результатов (ранжированных по величине) в соответствии с ANOVA с использованием суммы квадратов для формирования оценок составляющей дисперсии s_W^2 внутри группы и составляющей дисперсии s_B^2 между группами. Стандартная неопределенность $u(x_i)$, являющаяся результатом изменения x_i , равна s_B .

Примечание — Если различные объекты или классы объектов по-разному реагируют на исследуемую величину (т. е. существует взаимосвязь величины и класса исследуемых объектов), взаимодействие увеличивает значение s_B . Детальное исследование этой ситуации в настоящем стандарте не приводится.

Приложение С
(справочное)

Примеры расчета неопределенности

С.1 Измерение содержания монооксида углерода (СО) в выхлопных газах автомобиля**С.1.1 Общие положения**

До поставки на рынок легковые автомобили должны проходить испытания типа транспортного средства для проверки выполнения обязательных требований относительно количества угарного газа в выхлопных газах. (Верхний допустимый предел составляет 2,2 г/км.) Метод испытаний описан в [21], где введены следующие требования:

- цикл двигателя задан как функция скорости (км/ч), времени (с) и числа оборотов двигателя. Исследуемый автомобиль помещают на специальный стенд для выполнения заданного количества циклов;

- измерительное оборудование — газоанализатор СО;

- контроль окружающей среды проводят с использованием специальной камеры мониторинга загрязнений;

- персонал должен иметь специальную подготовку.

Такие испытания на соответствие установленным требованиям можно выполнять в испытательной лаборатории организации, занимающейся производством автомобилей или в независимой испытательной лаборатории.

С.1.2 Данные совместных исследований

Перед принятием и использованием такого метода испытаний необходимо оценить факторы или источники, влияющие на результаты испытаний (и, следовательно, на неопределенность результатов испытаний). Такая оценка выполнялась по данным экспериментов, проводимых в различных лабораториях. Для контроля метода испытаний межлабораторный эксперимент проводился в соответствии с ИСО 5725-2. Цель межлабораторного эксперимента состоит в оценке прецизионности метода испытаний при применении его в заданной совокупности испытательных лабораторий. Оценка прецизионности получена на основе данных, собранных в межлабораторном эксперименте со статистическим анализом в соответствии с ИСО 5725-2. Исследования проведены так, чтобы каждый участник выполнял все необходимые процессы измерений и учитывал воздействующие факторы.

Было установлено, что повторяемость в лабораториях значимо не различается, а оценка стандартного отклонения повторяемости метода испытаний равна 0,22 г/км. Оценка стандартного отклонения воспроизводимости метода испытаний равна 0,28 г/км.

С.1.3 Контроль смещения

Оценка правильности (контроль смещения по отношению к эталону) включает методологические и технические вопросы. Не существует «эталонного автомобиля» как образца сравнения. Правильность следует контролировать при калибровке оборудования системы испытаний. Например, калибровку анализатора СО можно выполнять с помощью эталонного газа, а калибровку испытательного стенда можно выполнять для таких величин, как время, расстояние, скорость и ускорение. Знание норм выбросов выхлопных газов для различных скоростей и наличие другой аналогичной информации подтверждает, что неопределенность, связанная с этими калибровками, не дает существенных вкладов в неопределенность, связанную с результатами измерений (т. е. вся расчетная неопределенность много меньше, чем стандартное отклонение воспроизводимости). Таким образом, смещение находится под контролем.

С.1.4 Прецизионность

Повторные испытательные прогоны в лаборатории показали, что разброс содержания СО в выхлопных газах (повторяемость) не превышает 0,20 г/км и находится в пределах диапазона повторяемости, найденного при межлабораторном исследовании. Таким образом, прецизионность находится под контролем.

С.1.5 Соответствие объектов испытаний

Метод признают подходящим для всех транспортных средств, относящихся к легковым автомобилям. Поскольку неопределенность имеет тенденцию уменьшаться для более низких уровней выхлопных газов, неопределенность наиболее важна на уровнях, близких к установленной границе. Поэтому было решено использовать оценку неопределенности, равную установленной границе, как корректную и несколько консервативную (гарантированную) оценку неопределенности для более низких уровней выхлопа СО. Необходимо заметить, если испытания транспортного средства показывают выхлоп существенно больше установленной границы, может оказаться необходимым проведение дополнительных исследований неопределенности, если сравнения являются критичными. На практике, однако, такое транспортное средство нельзя предлагать для продажи без его модернизации.

С.1.6 Оценка неопределенности

Поскольку предшествующие исследования установили хорошую контролируемость смещения и прецизионности в пределах испытательной лаборатории, а также отсутствие воздействующих факторов, не учтенных при совместных исследованиях, стандартное отклонение воспроизводимости, используемое для оценки стандартного отклонения неопределенности, дает расширенную неопределенность $U = 0,56$ г/км ($k = 2$) с уровнем доверия 95 %.

Примечание — Интерпретация неопределенности результатов в области проверки соответствия рассмотрена в ИСО 10576-1¹⁾.

¹⁾ См. также 4.2.2 (примечание 2) ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

С.2 Определение состава мяса

С.2.1 Общие положения

Для продукции из мяса необходимо гарантировать, что состав мяса соответствует заявленному. Состав мяса определяют как комбинацию содержания азота (преобразованного к общему белку) и жира. Представленный пример показывает принцип объединения различных составляющих неопределенности, каждую из которых непосредственно определяют на основе оценок воспроизводимости, как описано в разделе 12.

Примеры приведены в соответствии с [23], [24], [25] и [26].

С.2.2 Основные уравнения

Полный состав мяса w_{meat} определяют в соответствии с уравнением

$$w_{\text{meat}} = w_{\text{pro}} + w_{\text{fat}} \quad (\text{C.1})$$

где w_{pro} — общий белок в мясе, выраженный в виде процента массы;

w_{fat} — общее содержание жира, выраженное в виде процента массы.

Белок в мясе w_{pro} вычисляют по формуле

$$w_{\text{pro}} = 100w_{\text{mN}}/f_{\text{N}} \quad (\text{C.2})$$

где f_{N} — коэффициент содержания азота, соответствующий исследуемому материалу;

w_{mN} — полное содержание азота в мясе.

В этом случае w_{mN} идентично общему содержанию азота w_{N} , определяемому в соответствии с анализом Кельдаля.

С.2.3 Этапы эксперимента по определению состава мяса

При определении состава мяса выполняют следующие действия:

- определяют содержание жира w_{fat} ;
- определяют содержание азота w_{mN} по Кельдалю (среднее дублированных измерений);
- вычисляют содержание обезжиренного мяса w_{pro} и f_{N} (уравнение (C.2));
- вычисляют общий состав мяса w_{meat} (уравнение (C.1)).

С.2.4 Составляющие неопределенности

Составляющие неопределенности соответствуют каждой из величин, перечисленных в С.2.3. Наиболее существенным является w_{pro} , составляющий приблизительно 90 % массы мяса w_{meat} . Наибольшая неопределенность, соответствующая w_{pro} , является результатом:

- неопределенности коэффициента f_{N} , вызванной неполным знанием исследуемого материала;
- отклонений метода в условиях воспроизводимости при повторении метода и при точном выполнении метода в течение длительного времени;
- неопределенности, вызванной смещением метода;
- неопределенности, соответствующей содержанию жира w_{fat} .

Примечание — Неопределенности, указанные в перечислениях а), b) и с), относятся к образцу, лаборатории и методу соответственно. Часто бывает полезно грубо рассмотреть каждую из этих трех составляющих при идентификации неопределенности, а также неопределенность, соответствующую отдельным этапам процедуры.

С.2.5 Оценка составляющих неопределенности

С.2.5.1 Неопределенность, соответствующая f_{N}

Неопределенность, соответствующая f_{N} , может быть оценена по приведенным в публикациях значениям. В [22] приведены результаты исследований содержания азота в говядине, которые показывают четкие различия между данными, полученными при исследовании образцов мяса от различных поставщиков и кусков мяса. В [22] также даны рекомендации по вычислению наблюдаемого стандартного отклонения для $f_{\text{N}} = 0,052$ и относительного стандартного отклонения 0,014 для большого диапазона типов выборок.

Примечание — Непосредственно применены данные содержания азота, определенные в [22], полученные с использованием метода Кельдаля.

С.2.5.2 Неопределенность, соответствующая w_{N}

Информация о двух совместных испытаниях [22], [23] позволяет определить оценку неопределенности, вызванной низкой воспроизводимостью или ошибками выполнения метода. Тщательная проверка условий испытаний показывает, во-первых, что каждое исследование проводят по широкому диапазону типов выборки и с хорошим репрезентативным набором компетентных лабораторий, а во-вторых, что стандартное отклонение воспроизводимости s_{R} хорошо коррелирует с уровнем азота. Для обоих испытаний наиболее подходящей является линейная функция $s_{\text{R}} = 0,021w_{\text{N}}$. Кроме того исследование показывает, что стандартное отклонение повторяемости пропорционально w_{N} с $s_{\text{r}} = 0,018$, w_{N} и $s_{\text{L}} = 0,011w_{\text{N}}$.

Метод таков, что каждое измерение повторяют и определяют выборочное среднее. Член, характеризующий повторяемость и представляющий собой оценку повторяемости единственного результата, должен быть соответствующим образом скорректирован для учета влияния среднего арифметического двух результатов в лаборатории (см. комментарий, относящийся к s , в таблице 1). Неопределенность $u(w_{\text{N}})$, соответствующая содержанию азота, имеет вид

$$u(w_{\text{IN}}) = w_{\text{IN}} \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{2}} = w_{\text{IN}} \sqrt{0,011^2 + \frac{0,018^2}{2}} = 0,017 w_{\text{IN}}. \quad (\text{C.3})$$

Выражение (C.3) дает лучшую оценку неопределенности с w_{IN} , соответствующей разумным изменениям при выполнении метода.

Воспроизводимость также используют в качестве критерия оценки прецизионности отдельной лаборатории. Метод устанавливает, что результаты должны быть отброшены, если данные попадают вне 95 %-ного доверительного интервала (с границами, приблизительно равными $1,96s, \sqrt{2}$). Эта проверка гарантирует, что внутрилабораторная прецизионность соответствует прецизионности совместного исследования.

Примечание — Если эта проверка показывает отрицательный результат чаще, чем в 5 % случаев, вероятно, что контролируемость прецизионности недостаточна и необходимы действия по корректировке процедуры.

Необходимо также рассмотреть неопределенность, соответствующую w_{IN} и являющуюся результатом воздействия неизвестного смещения метода. В отсутствие надежных стандартных образцов сравнение с альтернативными методами, использующими другие принципы, является установленным средством оценки смещения. Сравнение метода Кьельдаля с методом анализа при сжигании образца для определения полного азота и различных типов выборки установило различие $0,01w_{\text{IN}}$. Это удовлетворяет критерию $2\sigma_D$ (см. Руководство ИСО 33, уравнение (4)), подтверждающему, что неопределенность, вызванная смещением, адекватно подсчитана для данных воспроизводимости.

C.2.5.3 Неопределенность, соответствующая w_{fat}

Дополнительные данные совместных испытаний для анализа жира [25] дают оценку стандартного отклонения воспроизводимости $0,02w_{\text{fat}}$. Анализ снова выполняют дважды, а результаты принимают только в случае, если разность находится в соответствующих пределах повторяемости, гарантируя, что лабораторная прецизионность находится под контролем. В результате верификации работ по определению жира на соответствующем стандартном образце установлено, что неопределенность, связанная со смещением, адекватна значениям воспроизводимости.

C.2.6 Суммарная стандартная неопределенность

В таблице C.1 приведены величины и неопределенность, подсчитанная с использованием этих величин.

Таблица C.1 — Составляющие бюджета неопределенности для определения состава мяса

Наименование показателя	Значение показателя		
	x_i (% массы)	$u(x_i)$	$u(x_i)/x_i$
Содержание жира w_{fat}	5,50	0,110	0,020
Содержание азота w_{mN}	3,29	0,056	0,017
Коэффициент f_{N}	3,65	0,052	0,014
Белок w_{pro}	90,1	$90,1 \times 0,022 = 1,98$	$\sqrt{0,017^2 + 0,014^2} = 0,022$
Общий состав мяса w_{meat}	95,6	$\sqrt{1,98^2 + 0,110^2} = 1,98$	0,021

При определении расширенной неопределенности с уровнем доверия 95 % суммарную стандартную неопределенность умножают на коэффициент охвата k , равный 2. При округлении до двух знаков после запятой получают расширенную неопределенность на состав мяса $U = 4,0 \%$; т. е. $w_{\text{meat}} = (95,6 \pm 4,0) \%$.

Примечание — В соответствии с приведенными расчетами в некоторых случаях значение w_{meat} может превышать 100 %.

C.3 Неопределенность измерений, полученных методом AOAC 990.12 (с применением пластин для подсчета аэробных бактерий)

C.3.1 Общие положения

Метод представляет собой метод микробиологического анализа деятельности микроорганизмов в пищевых продуктах [27]. Метод использует пластины для бактериальной культуры в виде сухой среды и растворимого в воде геля. Пробы наносят на пластины в количестве 1,0 мл на пластину и распределяют по площади приблизительно на 20 см^2 . После инкубации подсчитывают количество колоний. Измеряемой величиной является количество сформировавшихся колоний. Для получения значений, отличных от нуля, в качестве результатов использован логарифм с основанием 10 (lg) от количества сформировавшихся колоний (CFU¹⁾). Оценка неопределенности необходима для трех видов пищевых продуктов: креветок, муки и овощей.

Пример основан на данных руководства A2LA [28]. Также см. [27].

¹⁾ CFU — colony-forming units.

С.3.2 Данные совместных исследований

Метод валидирован на основе совместных исследований двенадцатью лабораториями шести образцов продуктов с различными уровнями загрязнения, по две пробы на образце продукта и два повторения на пробу. Проведение анализа данных в соответствии с требованиями ИСО 5725-2 и валидационное исследование включало все этапы проверки за исключением этапа определения точного объема подвыборки (измеренные пробы были получены в совместном исследовании). В таблице С.2 приведены зафиксированные оценки стандартных отклонений для повторяемости и воспроизводимости, соответствующие этим трем видам продуктов, в процентах.

Т а б л и ц а С.2 — Данные совместных исследований аэробных бактерий

Вид продукта	Стандартное отклонение воспроизводимости, %	Стандартное отклонение повторяемости, %
Креветки	11,1	9,8
Овощи	9,2	6,3
Мука	5,8	5,3

Данные повторяемости и воспроизводимости представлены в виде стандартных отклонений относительно среднего наблюдаемого значения для десятичного логарифма (lg) от количества колоний. Это удобно для данного метода, у которого разброс значений приблизительно пропорционален наблюдаемым значениям и относительное стандартное отклонение является приблизительно устойчивым.

С.3.3 Контроль смещения

Чтобы установить, находится ли лабораторное смещение в ожидаемых пределах, лаборатория выполняет сравнение своих результатов с результатами эталонной лаборатории. Результаты для овощей и креветок всегда находятся в пределах $\pm 10\%$ ($\Delta_i \leq 0,1\bar{x}$, \bar{x} — среднее соответствующих наблюдений). Сравнение результатов для муки показывает результат $\pm 5\%$ ($\Delta_i \leq 0,05\bar{x}$). Эти отклонения совместимы со стандартным отклонением воспроизводимости, поэтому смещение является приемлемым.

С.3.4 Контроль прецизионности

Чтобы установить, находится ли прецизионность в пределах ожидаемых границ, в лаборатории определяют оценки стандартного отклонения повторяемости по сериям из 10 повторений. Стандартное отклонение повторяемости для всех видов продукции составляет не более 5% ($s_p \leq 0,05\bar{x}$). Поэтому принято решение, что повторяемость является не только приемлемой, но также может быть рассчитана более низкая скорректированная оценка воспроизводимости, как описано в 7.3.2. Стандартные отклонения воспроизводимости приведены в таблице С.3.

Т а б л и ц а С.3 — Скорректированные стандартные отклонения воспроизводимости

Вид продукта	Стандартное отклонение воспроизводимости, %	Относительное стандартное отклонение между лабораториями, %	Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	Скорректированное стандартное отклонение воспроизводимости, %
Креветки	11,1	5,2	5,0	7,2
Овощи	9,2	6,7	5,0	8,4
Мука	5,8	2,4	5,0	5,5

С.3.5 Обоснование выбора объекта испытаний

С.3.5.1 Подготовка образцов и предварительная обработка

Совместное исследование исключило стадию отбора выборки. Рассмотрение этапа отбора выборки показало, что подготовка образцов (отбор подвыборки, взвешивание) вносит дополнительно 3,0% в суммарную стандартную неопределенность (на основе мнений экспертов). Этот вклад приведен в таблице С.4.

С.3.5.2 Изменение неопределенности в зависимости от уровня переменной отклика

Воспроизводимость, повторяемость и вклад дополнительных этапов подготовки образцов приблизительно пропорциональны количеству колоний аэробных бактерий на пластине. Поэтому основная модель может иметь форму уравнения (10), в котором коэффициент b равен скорректированному относительному стандартному отклонению воспроизводимости, а дополнительный вклад отбора выборки включен как пропорциональный вклад. Это эквивалентно простому подходу (использованному выше), когда все вклады в неопределенность представлены в относительном виде.

С.3.6 Суммарная стандартная неопределенность

Суммарная стандартная неопределенность (в виде относительного стандартного отклонения) для каждого вида продуктов приведена в таблице С.4.

Таблица С.4 — Относительное стандартное отклонение воспроизводимости

Вид продукта	Межлабораторное относительное стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	Вклад подготовки образцов в стандартную неопределенность, %	Суммарная стандартная неопределенность $u(y)$ (в виде относительного стандартного отклонения), %
Креветки	5,2	5,0	3,0	7,8
Овощи	6,7	5,0	3,0	8,9
Мука	2,4	5,0	3,0	6,4

С.3.7 Расширенная неопределенность

Расширенную неопределенность вычисляют, используя коэффициент охвата 2, который соответствует уровню доверия приблизительно 95 %. Расширенная неопределенность составила 15,6 %, 17,8 % и 12,8 % (как процент от I_g (количество колоний) для креветок, овощей и муки соответственно).

С.3.8 Дополнительный анализ

Результаты метода традиционно получают в виде десятичного логарифма от количества колоний аэробных бактерий. Однако для единственного объекта испытаний часто более полезно определить расширенный интервал неопределенности (в тех же единицах). Для значений с неопределенностью в области значений I_g это лучше всего сделать, вычисляя расширенную неопределенность в области значений I_g (см. С.3.7) и преобразуя значение CFU впоследствии. Это можно проиллюстрировать вычислением расширенных интервалов неопределенности для исследуемых материалов со значением CFU 150. Соответствующие вычисления приведены в таблице С.5.

Таблица С.5 — Скорректированное стандартное отклонение воспроизводимости

Вид продукта	Стандартная неопределенность (как стандартное отклонение)	Расширенная неопределенность U (как процент значений CFU)	I_g от 150 CFU	Расширенная неопределенность в единицах десятичного логарифма	Интервал неопределенности для I_g (CFU)	Итоговый интервал неопределенности CFU
Креветки	7,8	15,6	2,1761	0,3395	1,8366—2,5156	68—328
Овощи	8,9	17,8	2,1761	0,3873	1,7888—2,5634	61—366
Мука	6,4	12,8	2,1761	0,2785	1,8976—2,4546	79—285

С.4 Неопределенность при определении количества грубых волокон**С.4.1 Общие положения**

Метод используют при определении количества грубых волокон в кормах для животных. Под грубыми волокнами понимают количество обезжиренных органических веществ, не растворимых в кислых и щелочных средах. Содержание волокон в кормах для животных обычно изменяется в интервале от 2 % до 12 % от массы корма.

С.4.2 Вычисление концентрации волокон

Содержание волокон C_{fibre} как процент от массы пробы (т. е. массовую долю в процентах) вычисляют по формуле

$$C_{\text{fibre}} = \frac{(m_{\text{sd}} - m_{\text{sa}}) - (m_{\text{bd}} - m_{\text{ba}})}{m_s} \times 100, \quad (\text{С.4})$$

где m_s — масса пробы (для анализа взята проба массой 1 г), в граммах;

m_{sd} — масса тигля и пробы после высушивания постоянной массы, в граммах;

m_{sa} — масса тигля и пробы после озоления, в граммах;

m_{bd} — масса тигля и пустой пробы после высушивания до постоянной массы, в граммах;

m_{ba} — масса тигля и пустой пробы после озоления, в граммах.

Примечание — Пустая проба предполагает использование пустого тигля на всех стадиях метода.

Блок-схема, иллюстрирующая основные этапы метода, представлена на рисунке С.1.

С.4.3 Данные совместных исследований

Метод был объектом совместных исследований в соответствии с ИСО 5725-2. В процессе испытаний было исследовано пять различных видов корма для животных, представляющих типичные концентрации грубых волокон и жира. Участники испытаний выполнили все этапы метода, включая размол проб. Полученные оценки повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице С.6.

Таблица С.6 — Данные совместных исследований содержания грубых волокон

Объект испытаний	Среднее содержание волокон, %	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R , %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости	Стандартное отклонение повторяемости s_r , %
A	2,3	0,293	0,127	0,198
B	12,1	0,563	0,046 5	0,358
C	5,4	0,390	0,072 2	0,264
D	3,4	0,347	0,102	0,232
E	10,1	0,575	0,056 9	0,391

С.4.4 Контроль смещения

Чтобы установить, находится ли лабораторное смещение в ожидаемых пределах, лаборатория выполняет сопоставление с образцом сравнения, сертифицированным рассматриваемым методом (это существенно, поскольку измеряемая величина определена заданным методом анализа). Паспортное значение составляет (93 ± 14) г/кг (9,3 %). Лаборатория получила значение 9,16 %, соответствующее лабораторному смещению $\Delta_j = -0,14$ %. Оно находится в пределах ожидаемого интервала исходя из стандартного отклонения воспроизводимости на уровне 9 %. Стандартная неопределенность паспортного значения составляет приблизительно 7 г/кг (массовая доля 0,7 %). Она невелика по сравнению со стандартным отклонением воспроизводимости для аналогичных уровней содержания грубых волокон в таблице С.6. Поэтому смещение является приемлемым.

С.4.5 Контроль прецизионности

Как часть верификации метода в лаборатории были выполнены эксперименты для оценки повторяемости (в пределах партии) кормов, концентрация грубых волокон в которых аналогична концентрации в некоторых пробах, проанализированных в совместных исследованиях. Результаты приведены в таблице С.7. Сравнение с таблицей С.6 показывает, что лаборатория получает прецизионность, очень близкую к найденной в совместных исследованиях.

Таблица С.7 — Данные повторяемости для оценки концентрации грубых волокон

Объект испытаний	Среднее содержание волокон, %	Стандартное отклонение повторяемости s_r , %
F	3,0	0,198
G	5,5	0,264
H	12,0	0,358

С.4.6 Изменение неопределенности в зависимости от переменной отклика

Стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, приведенные в таблице С.6, увеличиваются с увеличением концентрации грубых волокон. Однако очевидно несоответствие относительного стандартного отклонения воспроизводимости простой пропорциональной модели. Поэтому лаборатория при определении неопределенности на различных наблюдаемых уровнях концентрации волокон использует воспроизводимость, найденную на аналогичных уровнях в совместных исследованиях; например, для уровней концентрации волокон не выше 2,5 % (массовая доля) стандартное отклонение воспроизводимости 0,29 % (массовая доля) выбрано из таблицы С.6.

С.4.7 Дополнительные факторы

Лаборатория провела экспериментальные и другие исследования влияния различных величин на результаты для типичных объектов испытаний. Полученные оценки неопределенности приведены в таблице С.8. Ни один из вкладов не является существенным, кроме влияния высушивания до постоянной массы. Неопределенность, соответствующая этому этапу процесса, получена исходя из требования постоянной массы, установленного лабораторией; «постоянная масса» не определена в стандартном методе, и лаборатория приняла решение использовать метод высушивания, приводящий к массе в пределах 0,002 г массы. Деление этого максимального отклонения на $\sqrt{3}$ дает оценку неопределенности 0,115 % (массовая доля) содержания волокон, если для анализа взят 1 г пробы.

Таблица С.8 — Влияние различных величин на определение содержания грубых волокон

Источник неопределенности	Значение	Стандартная неопределенность	Соответствующая неопределенность в виде стандартного отклонения повторяемости	Источник информации
Масса пробы	1,0 г	0,00020 г	0,00020	Свидетельство о калибровке
Концентрация кислоты	—	—	0,00030	Опубликованные данные об изменении содержания волокна в зависимости от концентрации кислоты

Окончание таблицы С.8

Источник неопределенности	Значение	Стандартная неопределенность	Соответствующая неопределенность в виде стандартного отклонения повторяемости	Источник информации
Концентрация щелочи	—	—	0,00048	Опубликованные данные об изменении содержания волокна в зависимости от концентрации щелочи
Время разрушения в кислой среде	—	—	0,0090	Опубликованные данные об изменении содержания волокна в зависимости от времени вываривания
Время разрушения в щелочной среде	—	—	0,0072	Опубликованные данные об изменении содержания волокна в зависимости от времени вываривания
Высушивание до постоянной массы	—	0,00115 г	—	Лабораторные требования постоянной массы
Температура и время озоления	—	Незначительная	—	Опубликованные данные об отсутствии существенных изменений содержания волокон в зависимости от изменения температуры и времени озоления
Потеря массы после озоления для холодной пробы	—	Незначительная	—	Экспериментальные исследования

С.4.8 Суммарная стандартная неопределенность

Поскольку неопределенность, соответствующая высушиванию до постоянной массы, не пропорциональна уровню грубых волокон, невозможно принять простую пропорциональную модель для оценки неопределенности. Вместо этого удобно оценивать неопределенность, соответствующую типичным уровням грубых волокон. Оценки неопределенности приведены в таблице С.9.

Таблица С.9 — Скорректированное стандартное отклонение воспроизводимости

Содержание волокон, %	Стандартное отклонение воспроизводимости s_R , %	Дополнительный вклад высушивания, %	Суммарная стандартная неопределенность $u(y)$, %
≤ 2,5	0,293	0,115	0,31
2,5 к 5	0,390	0,115	0,41
5 к 10	0,575	0,115	0,59

С.4.9 Расширенная неопределенность

Расширенная неопределенность вычислена с коэффициентом охвата 2, который соответствует уровню доверия, приблизительно равному 95 %, дает расширенную неопределенность 0,6 %, 0,8 % и 1,2 % соответственно для различных диапазонов содержания волокон в таблице С.9.

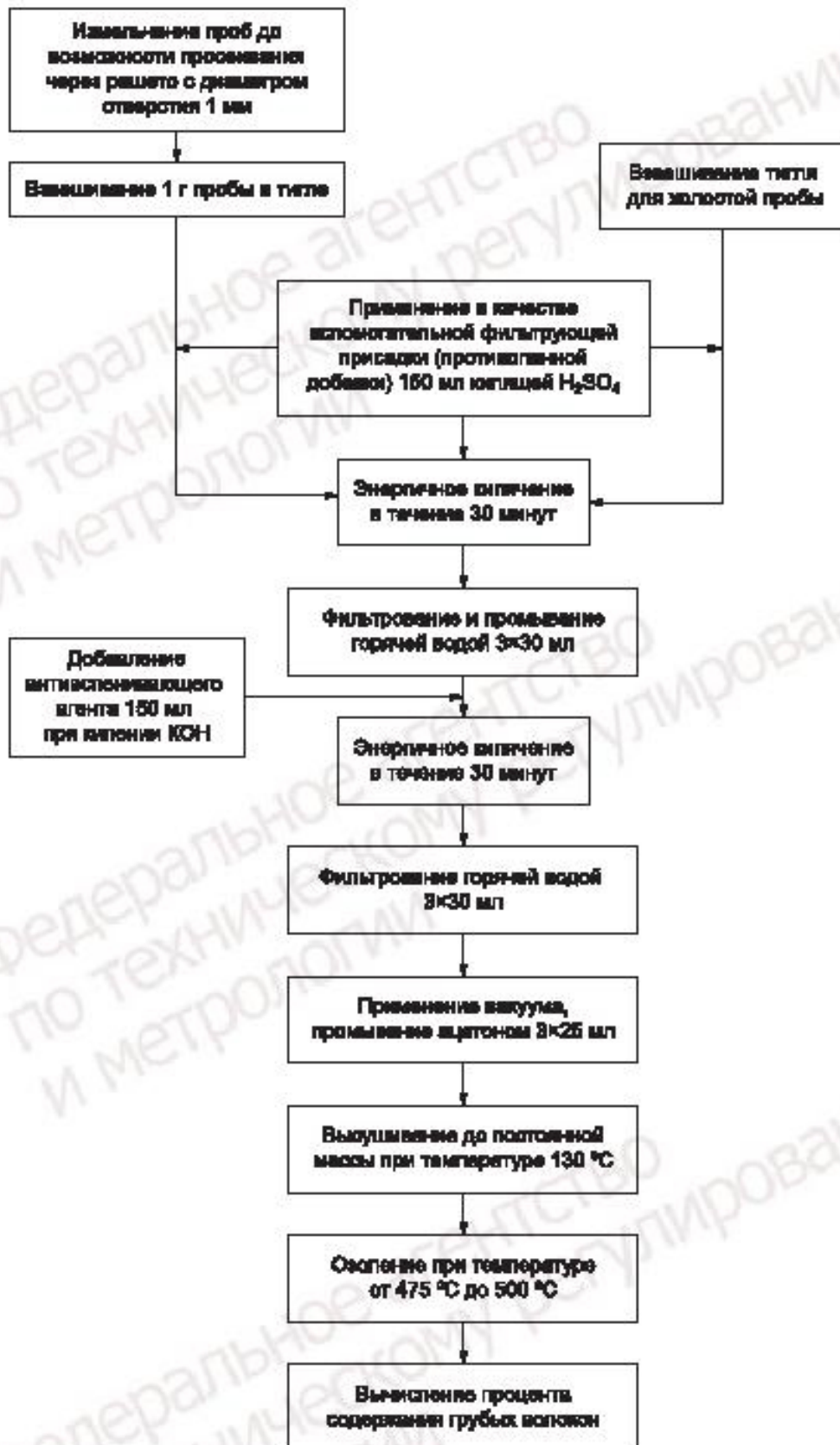


Рисунок С.1 — Действия по оценке содержания грубых волокон

Библиография

- [1] ISO 3534-1, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: General statistical terms and terms used in probability*
- [2] ISO 3534-2, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics*
- [3] ISO 3534-3, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 3: Design of experiments*
- [4] ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*
- [5] ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
- [6] ISO 5725-3, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*
- [7] ISO 5725-4, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 4: Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method*
- [8] ISO 5725-5, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method*
- [9] ISO 5725-6, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 6: Use in practice of accuracy values*
- [10] ISO 7870-4, *Control charts — Part 4: Cumulative sum charts*
- [11] ISO 7870-2, *Control charts — Part 2: Shewhart control charts*
- [12] ISO 10576-1, *Statistical methods — Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements — Part 1: General principles*
- [13] ISO 11648 (all parts), *Statistical aspects of sampling from bulk materials*
- [14] ISO Guide 33, *Reference materials — Good practice in using reference materials*
- [15] ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*
- [16] ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995)*
- [17] ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*
- [18] ISO/IEC 17043, *Conformity assessment — General requirements for proficiency testing*
- [19] AFNOR FD X07-021, *Normes fondamentales — Métrologie et applications de la statistique — Aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais* (October 1999)
- [20] Recommendation INC-1 (1980), BIPM
- [21] European Directive 70/220, *Measures to be taken against air pollution by emissions from motor vehicles*
- [22] Kaarls R. Procès-verbaux du Comité International des Poids et Mesures, 49, BIPM, 1981, pp. A.1-A.12
- [23] Analytical Methods Committee. *Analyst* (Lond.). 1993, 118 p. 1217
- [24] Shure B., Corrao P.A., Glover A., Malinowski A.J.J. *AOAC Int.* 1982, 65 p. 1339
- [25] King-Brink M., & Sebranek J.G.J. *AOAC Int.* 1993, 76 p. 787
- [26] Breese Jones D. *US Department of Agriculture Circular No. 183* (August 1931)
- [27] *Official Methods of Analysis*. AOAC Int. Gaithersburg, MD, Twentieth Edition, 2016
- [28] A2LA Guidance Document G108 — *Guidelines for Estimating Uncertainty for Microbiological Counting Methods*. American Association for Laboratory Accreditation, 2014

УДК 58.562.012.7:65.012.122:006.354

ОКС 03.120.30;
17.020

Ключевые слова: оценки неопределенности, повторяемости, воспроизводимости, правильности, математическое ожидание, прецизионность, стандартное отклонение, дисперсия, смещение, суммарная неопределенность, расширенная неопределенность

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

Федеральное агентство
по техническому регулированию
и метрологии

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 30.09.2021. Подписано в печать 15.10.2021. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 3,89. Тираж 40 экз. Зак. 1334

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано в ФГБУ «РСТ»
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru