

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО МЕЖГОСУДАРСТВЕННОЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Оценивание метрологических характеристик с использованием эталонов и образцовых средств измерений

State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials. Evaluation of metrological characteristics with the use of measurement standards and reference devices

МКС 17.020

Дата введения — 2004—07—01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о рекомендациях

1 РАЗРАБОТАНЫ Уральским научно-исследовательским институтом метрологии (УНИИМ) Госстандарта России

2 ВНЕСЕНЫ Госстандартом России

3 ПРИНЯТЫ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22 от 6 ноября 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Госстандарт России
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узгосстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 января 2004 г. № 32-ст РМГ 53—2002 введены в действие непосредственно в качестве рекомендаций по метрологии Российской Федерации с 1 июля 2004 г.

5 ВВЕДЕНЫ ВПЕРВЫЕ

1 Область применения

Настоящие рекомендации распространяются на стандартные образцы (СО) состава и свойств веществ и материалов и определяют алгоритм оценки метрологических характеристик СО с использованием эталонов (первичных и вторичных) и образцовых средств измерений (далее — эталоны).

2 Нормативные ссылки

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты: ГОСТ 8.381—80 Государственная система обеспечения единства измерений. Эталоны. Способы выражения погрешностей

ГОСТ 8.531—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности

Примечание — При пользовании настоящими рекомендациями целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящими рекомендациями следует руководствоваться измененным (замененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Эталоны, применяемые для аттестации СО, должны иметь действующие (непросроченные) свидетельства об аттестации или поверке, содержащие характеристики погрешности в соответствии с ГОСТ 8.381.

3.2 Для аттестации СО предпочтительно применять такую методику выполнения измерений (далее — МВИ), чтобы можно было пренебречь методическими погрешностями. Если этого достигнуть невозможно, то в характеристиках погрешности метода аттестации должны быть учтены погрешности эталона, а также погрешности, связанные с реализацией конкретной МВИ.

3.3 В процессе аттестации СО с использованием эталонов оценивают следующие метрологические характеристики СО:

- аттестованное значение СО;
- погрешность аттестованного значения СО;
- характеристику однородности.

Примечание — В случае применения СО в условиях, отличных от условий его аттестации, необходимо дополнительно оценить функции влияния СО или его дополнительные погрешности, что должно быть предусмотрено методикой аттестации СО. Функции влияния СО не оценивают, если условия аттестации СО соответствуют условиям его применения.

3.4 При выборе конкретных эталонов для определения аттестованных значений СО в общем случае следует руководствоваться соотношениями:

$$\Theta \leq \Delta_{\text{доп}} \text{ и } S \leq 1,2\Delta_{\text{доп}}, \quad (1)$$

где Θ и S — соответственно характеристики неисключенной систематической и случайной составляющих погрешности эталона, нормируемых, как правило, отдельно;

$\Delta_{\text{доп}}$ — предел допускаемой погрешности аттестованного значения СО.

Примечание — Если для нахождения оценок аттестованных значений СО используют МВИ, для которой известны аналогичные составляющие погрешности, то указанные соотношения распространяются на соответствующие погрешности МВИ.

В зависимости от номенклатуры метрологических характеристик СО используют различные планы получения экспериментальных результатов и алгоритмы их обработки. В общем случае оценки аттестованных значений СО могут быть определены многократными наблюдениями аттестуемой характеристики в конкретном экземпляре СО, а также по схеме однофакторного дисперсионного анализа — при одновременной аттестации нескольких проб (экземпляров) СО.

3.5 В случае, когда оценивают только аттестованное значение СО и его погрешность,

принимают план проведения измерений по 4.1.

Если оценивают все метрологические характеристики СО, перечисленные в 3.3, то измерения проводят по схеме однофакторного дисперсионного анализа в соответствии с 4.2.

3.6 Измерения при аттестационных исследованиях проводят в соответствии с правилами выполнения измерений на эталоне или в соответствии с МВИ, рекомендуемой разработчиком СО и учитывающей правила применения соответствующего эталона.

4 Обработка результатов

4.1 Оценка аттестованного значения СО

4.1.1 В случае оценивания с использованием эталона только аттестованного значения СО характеристику неоднородности СО σ_n в соответствии с ГОСТ 8.531 оценивают предварительно. При поэкземплярной аттестации СО характеристику неоднородности не определяют и в дальнейших расчетах принимают $\sigma_n = 0$.

4.1.2 Общее число наблюдений J , необходимых для оценки аттестованного значения СО методом многократных наблюдений, определяют исходя из значений характеристик систематической и случайной составляющих погрешности эталона и неоднородности материала СО.

Для оценки минимального числа наблюдений J рассчитывают допустимое значение случайной составляющей погрешности D по формуле

$$D = \sqrt{\Delta_{\text{доп}}^2 - \Theta^2 - 4\sigma_n^2}, \quad (2)$$

где $\Delta_{\text{доп}}$ — предел допустимой погрешности аттестованного значения СО;

Θ — характеристика неисключенной систематической погрешности эталона;

σ_n — характеристика неоднородности СО.

Число наблюдений J определяют по таблице 1 в зависимости от значений величин $\xi = \Theta/D$ и $\eta = S/D$.

В случае, когда составляющие погрешности эталона не нормируют отдельно и погрешность эталона Δ , задана в виде границ $\pm\Delta$, для оценки аттестованного значения СО проводят не менее трех наблюдений, а погрешность $\pm\Delta$, рассматривают как неисключенную систематическую погрешность эталона.

Таблица 1 — Число наблюдений J при аттестации СО методом многократных наблюдений

η	ξ							
	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
0,2	3	3	3	3	3	3	3	4
0,3	3	3	3	3	3	4	4	4
0,4	3	4	4	4	4	4	5	9
0,5	3	4	4	4	4	5	6	12
0,6	4	4	4	4	4	6	8	15
0,7	4	5	5	6	6	7	9	20
0,8	4	5	5	6	6	9	11	26
0,9	5	5	6	7	8	10	14	33
1,0	6	7	8	9	10	11	15	41
1,10	8	8	9	9	10	13	17	49
1,20	9	9	9	10	12	15	20	58

4.1.3 Для оценки аттестованного значения СО возможны два варианта проведения наблюдений:

- вариант 1 — все результаты наблюдений получают, используя одну пробу (экземпляр) материала СО;

- вариант 2 — все результаты наблюдений получают, используя разные пробы (экземпляры) материала СО.

4.1.4 Вычисляют по полученным в соответствии с одним из вариантов 4.1.3 результатам X_1, X_2, \dots, X_j среднеарифметическое значение \bar{X}

$$\bar{X} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J X_j \quad (3)$$

и стандартное отклонение результатов S_e

$$S_e = \sqrt{\frac{1}{J-1} \sum_{j=1}^J (X_j - \bar{X})^2} . \quad (4)$$

4.1.5 При проведении наблюдений по схеме варианта 1 оценку S_e сравнивают со значением характеристики случайной составляющей погрешности S . Если $S_e \leq S$, то все полученные результаты можно использовать для оценки аттестованного значения и его погрешности.

В противном случае ($S_e > S$) выясняют причину больших расхождений между результатами, при необходимости исключают резко различающиеся результаты, проводят взамен их дополнительные наблюдения, и повторяют операции 4.1.4 и 4.1.5.

При проведении наблюдений по схеме варианта 2 оценку S_e сравнивают с величиной

$$S_M = \sqrt{S^2 + \sigma_n^2} , \quad (5)$$

где S_M — оценка допускаемого значения стандартного отклонения результатов наблюдений для данного материала СО;

S и σ_n — стандартные отклонения случайной составляющей погрешности эталона и неоднородности материала СО.

Если $S_e \leq S_M$, то все полученные результаты можно использовать для оценки аттестованного значения СО.

В противном случае ($S_e > S_M$) выясняют причину больших расхождений между результатами, при необходимости исключают резко различающиеся результаты, проводя взамен их дополнительные наблюдения, и повторяют операции 4.1.4 и 4.1.5.

В случае, когда заданы только границы погрешности эталона $\pm \Delta$, размах результатов наблюдений не должен превышать 2Δ .

Стандартное отклонение случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО $S_{\hat{A}}$ оценивают в зависимости от варианта наблюдений по формулам:

- для варианта 1

$$S_{\hat{A}} = \sqrt{\frac{S_e^2}{J} + \sigma_n^2} ; \quad (6)$$

- для варианта 2

$$S_{\hat{A}} = \sqrt{\frac{S^2}{J} + \sigma_n^2} ; \quad (7)$$

В случае, когда аттестованное значение СО оценивают по результату однократного наблюдения, $S_{\hat{A}}$ - принимают равным σ_n .

4.2 Оценка аттестованного значения и характеристики неоднородности СО

В случае, когда оценивают аттестованное значение и характеристику неоднородности СО, выраженную стандартным отклонением погрешности от неоднородности σ_n , результаты наблюдений получают и обрабатывают по схеме однофакторного дисперсионного анализа следующим образом.

4.2.1 Отбирают от всего материала СО случайным образом N проб и проводят J наблюдений значения аттестуемой характеристики СО в каждой пробе, получая результаты наблюдений X_{nj} .

Число проб N определяют в зависимости от значений $\beta = \Delta_{\text{доп}}/S$ и числа наблюдений в каждой пробе по таблице 2.

Таблица 2 — Число отбираемых проб N

Интервал значений для β	Число наблюдений в каждой пробе J						
	2	3	4	5	6	7	8
До 1,5	90	40	25	18	15	12	11
Св. 1,5 до 2,1 включ.	52	27	19	15	13	—	—
Св. 2,1 до 3,0 включ.	31	18	13	12	—	—	—
Св. 3,0 до 4,2 включ.	19	12	11	—	—	—	—
Св. 4,2	12	—	—	—	—	—	—

4.2.2 Результаты наблюдений X_{nj} записывают по форме, представленной в таблице 3.

В первой колонке таблицы — номер пробы, в последующих J колонках в каждой n строке — результаты наблюдения (результаты j -го наблюдения для n -й пробы), средний результат X_n ,

вычисленный по формуле

$$X_n = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J X_{nj}, \quad (8)$$

и размах R_n , вычисленный по формуле

$$R_n = X_{n, \max} - X_{n, \min}, \quad (9)$$

где $X_{n, \max}$ и $X_{n, \min}$ — наибольший и наименьший результаты для n -й пробы. Полученные значения X_n и R_n записывают в последние колонки таблицы 3.

Таблица 3 — Форма представления результатов наблюдений

Номер пробы n	Номер наблюдения j				Средний результат X_n	Размах R_n
	1	2	...	J		
1	X_{11}	X_{12}	...	X_{1J}	X_1	R_1
2	X_{21}	X_{22}	...	X_{2J}	X_2	R_2
...
n	X_{n1}	X_{n2}	...	X_{nJ}	X_n	R_n
...
N	X_{N1}	X_{N2}	...	X_{NJ}	X_N	R_N

4.2.3 Вычисляют среднеарифметическое \bar{X} всех результатов наблюдений

$$\bar{X} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N X_n, \quad (10)$$

средний размах \bar{R}

$$\bar{R} = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N R_n \quad (11)$$

и квадрат стандартного отклонения \overline{SS}_h средних результатов по пробам

$$\overline{SS}_h = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N (X_n - \bar{X})^2. \quad (12)$$

Стандартное отклонение результатов наблюдений S_e оценивают по среднему размаху по формуле

$$S_e = a(J)\bar{R}, \quad (13)$$

где коэффициент $a(J)$ в зависимости от значения J находят по таблице 4.

Таблица 4 — Коэффициент $a(J)$ для оценки стандартного отклонения по размаху

J	$a(J)$										
2	0,89	4	0,48	6	0,39	8	0,35	10	0,32	12	0,31
3	0,59	5	0,43	7	0,37	9	0,34	11	0,32		

4.2.4 Сравнивают для вычисления характеристики неоднородности величины \overline{SS}_h и S_e^2 / J .

Если $\overline{SS}_h > S_e^2 / J$, то характеристику неоднородности σ_n вычисляют по формуле

$$\sigma_n = \sqrt{\overline{SS}_h - S_e^2 / J}. \quad (14)$$

В противном случае ($\overline{SS}_h < S_e^2 / J$) σ_n вычисляют по формуле

$$\sigma_n = \frac{1}{3} S_e. \quad (15)$$

4.2.5 Стандартное отклонение случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО S_A оценивают по формуле

$$S_A = \sqrt{\sigma_n^2 + \frac{S_e^2}{N(J-1)}}, \quad (16)$$

где σ_n и S_e оценивают в соответствии с 4.2.4 и 4.2.3.

5 Оценка метрологических характеристик СО

5.1 Аттестованное значение СО \hat{A} оценивают как среднеарифметическое всех результатов, вычисленное по формуле (3) или (10) в зависимости от способа обработки результатов.

Примечание — В случае, когда аттестованное значение определяют по результату однократного наблюдения X , в дальнейших расчетах принимают $\hat{A} = X$, $\Theta = \Delta$, и $S_{\hat{A}} = \sigma_n$.

5.2 Границу случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО ε для доверительной вероятности $P = 0,95$ оценивают по формуле

$$\varepsilon = 2S_{\hat{A}}. \quad (17)$$

5.3 Проводят анализ соотношения характеристик неисключенной систематической и случайной составляющих погрешности, вычисляя для этого отношение

$$\gamma = \frac{\Theta}{S_{\hat{A}}}. \quad (18)$$

В зависимости от значения γ получают следующие оценки погрешности метода установления аттестованного значения СО — $\Delta_{\hat{A}}$.

Если $\gamma < 0,8$, то систематической составляющей погрешности эталона пренебрегают и принимают за $\Delta_{\hat{A}}$ границу случайной составляющей погрешности аттестованного значения СО ε , вычисленную по формуле (17)

$$\Delta_{\hat{A}} = \varepsilon. \quad (19)$$

Если $\gamma > 8$, то случайной погрешностью пренебрегают и принимают за $\Delta_{\hat{A}}$ неисключенную систематическую составляющую погрешности эталона

$$\Delta_{\hat{A}} = \Theta. \quad (20)$$

Если $0,8 \leq \gamma \leq 8$, то $\Delta_{\hat{A}}$ вычисляют по формуле

$$\Delta_{\hat{A}} = b(\gamma)(\Theta + \varepsilon), \quad (21)$$

где коэффициент $b(\gamma)$ для доверительной вероятности 0,95 находят в зависимости от значения γ по таблице 5.

Таблица 5 — Значения коэффициента $b(\gamma)$

γ	$b(\gamma)$	γ	$b(\gamma)$	γ	$b(\gamma)$
0,8	0,76	3	0,73	6	0,79
1	0,74	4	0,76	7	0,80
2	0,71	5	0,78	8	0,81

Ключевые слова: стандартные образцы, аттестованное значение СО, погрешность аттестованного значения СО, эталоны, аттестация СО