ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан

АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РАБОТ И АЛГОРИТМЫ РАСЧЁТОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Издание официальное

Узбекское агентство стандартизации, метрологии и сертификации

Ташкент

Предисловие

1 **РАЗРАБОТАН и ВНЕСЕН** Государственным предприятием «Узбекский Национальный институт метрологии» (**ГП «УзНИМ»**)

2 **УТВЕРЖДЕН** Постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (**Агентство Узстандарт**) от 02.05. № 05-952

3 **ВЗАМЕН РД Уз 51-039-95**

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством Узстандарт. В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе, издаваемом агентством Узстандарт.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Исключительное право официального опубликования настающего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит Агентству Узстандарт

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины, определения и сокращения	2
4	Общие положения	3
5	Проведение экспериментальных работ	5
6	Обработка результатов экспериментальных исследований	6
	Приложение А (справочное) Коэффициенты, используемые в расчетах методом математической статистики	17
	Приложение В (справочное) Примеры	24

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Ўзбекистон Республикасининг ўлчашлар бирлилигини таъминлаш давлат тизими
ЎЛЧАШЛАРНИ БАЖАРИШ УСУЛИЯТЛАРИНИ АТТЕСТАТЛАШ. ИЛМИЙ ТАЖРИБА ИШЛАРИНИ ЎТКАЗИШ ТАРТИБИ ВА МЕТРОЛОГИК ТАВСИФЛАРНИ ҲИСОБЛАШ АЛГОРИТМЛАРИ

Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан
АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РАБОТ И АЛГОРИТМЫ РАСЧЁТОВ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

State system for ensuring the uniformity of measurements of Republic of Uzbekistan
CERTIFICATION OF METHODS OF IMPLEMENTATION OF MEASUREMENTS.
ORDER OF EXPERIMENTAL WORKS AND METHODOLOGICAL CHARACTERISTICS CALCULATIONS

Дата введения 08.05.2018
Без ограничения срока действия

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на методики выполнения измерений (далее - МВИ) и определяет порядок проведения их метрологической аттестации по результатам экспериментальных работ с приминением стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов или аттестованных смесей веществ и алгоритмы расчёта метрологических характеристик.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие стандарты и нормативные документы:

ISO/IEC Guide 99-2007 Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины (VIM).

ГОСТ 8.207-76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

O‘z DSt 8.004:2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

6444
04.05.18

O'z DSt 8.010.2:2003 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 2. Средства измерений и их параметры.

O'z DSt 8.010.3:2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 3. Метрологическая служба.

O'z DSt 8.010.4:2001 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Метрология. Термины и определения. Часть 4. Метрологическое обеспечение аналитического контроля».

O'z DSt 8.016:2002 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Узбекистан. Методики выполнения измерений. Основные положения.

ГОСТ Р ИСО 5725-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6.

3 Термины, определения и сокращения

В настоящем документе применяют термины и определения по ISO/IEC Guide 99, O'z DSt 8.010.2, O'z DSt 8.010.3, O'z DSt 8.010.4, O'z DSt 8.004 и по ГОСТ Р ИСО 5725, а также следующие термины с соответствующими определениями:

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

Примечание – Прецизионность измерений обычно выражается численно через показатели непрецизионности, такие как стандартное отклонение, дисперсия или коэффициент вариации, при заданных условиях измерений. Заданные условия могут быть, например, условиями сходимости измерений, условиями промежуточной прецизионности измерений или условиями воспроизводимости измерений (см. ISO 5725-3:2002). Прецизионность измерений используется для определения сходимости измерений, промежуточной прецизионности измерений и воспроизводимости измерений. Иногда «прецизионность измерений» ошибочно используют для обозначения точности измерений.

Повторяемость (сходимость) измерений (measurement repeatability): Прецизионность измерений в условиях повторяемости (сходимости) измерений.

Условия повторяемости (условия сходимости) измерений (repeatability condition of measurement): Один из наборов условий измерений, включающий применение одной и той же методики измерений, того же средства измерений, участие тех же операторов, те же рабочие условия, то же местоположение и выполнение повторных измерений на одном и том же или подобных объектах в течение короткого промежутка времени.

Примечание – Условия измерений являются условиями сходимости только по отношению к заданному набору условий сходимости. В химии для обозначения этого понятия иногда используют термин «условия внутрисерийной прецизионности измерений».

Воспроизводимость измерений (measurement reproducibility): Прецизионность измерений в условиях воспроизводимости измерений.

Условия воспроизводимости измерений (reproducibility condition of measurement): Один из наборов условий измерений, включающий разные местоположения, разные средства измерений, участие разных операторов и выполнение повторных измерений на одном и том же или аналогичных объектах.

Примечание – В исключительных случаях, разные средства измерений могут применяться в соответствии с разными методиками измерений. Описание условий должно включать все условия, изменяемые и неизменяемые, насколько это оправдано практически.

Число параллельных наблюдений, n: Регламентированное число результатов, усредняемых для получения одного результата измерения с использованием данной МВИ.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Результат единичного наблюдения, X: Значение содержания определяемого компонента (примеси) в пробе, найденное при однократном проведении всей последовательности операций, предусмотренных соответствующей МВИ.

Результаты параллельных наблюдений: Первый, второй, ..., n-ный результаты единичных наблюдений, полученные для одной пробы в одинаковых условиях.

Результат измерения (анализа) $X_Д$: Среднее значение результатов регламентированного числа n параллельных наблюдений содержаний компонента (примеси) в пробе.

Аттестованная смесь веществ (аттестованная смесь) АС: Смесь двух и более веществ (материалов), приготовленная по документированной методике, с установленными в результате аттестации по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления значениями величин, характеризующих состав веществ смеси.

Примечания:

1. АС по метрологическому назначению выполняют функции СО состава веществ.
2. АС может представлять собой смесь газов, раствор, суспензию и т.п.
3. Методику приготовления АС обычно устанавливают нормативным документом.
4. АС не подлежит серийному производству. Как правило, АС готовят на месте применения.

В настоящем документе применяют следующие сокращения:

ГП «УзНИМ» – Государственное предприятие «Узбекский Национальный институт метрологии»;

МС – метрологическая служба;

МВИ – методика выполнения измерений;

СИ – средство измерения;

ВО – вспомогательное оборудование;

СО – стандартный образец состава и свойств веществ и материалов;

СОП – стандартный образец производителя;

ТЗ – техническое задание;

ПМА – программа метрологической аттестации;

АС – аттестованная смесь;

СКО – среднеквадратическое отклонение.

4 Общие положения

Метрологическая аттестация МВИ – процедура установления и подтверждения соответствия МВИ предъявляемым к ней метрологическим требованиям. Аттестации подвергают в обязательном порядке МВИ, используемые в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора.

Метрологическую аттестацию МВИ проводят с целью установления фактических значений показателей точности в реальных условиях проведения измерений в соответствии с аттестуемой методикой.

Аттестацию МВИ осуществляют путём теоретических расчётов и (или) проведения экспериментальных исследований по установлению её характеристик точности согласно ПМА МВИ.

Аттестацию МВИ, применяемых в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора проводят в порядке, установленном в O'z DSt 8.016.

4.1 Основными этапами работ по проведению аттестации МВИ являются:

- планирование работ по аттестации;
- разработка ПМА;
- экспертиза, согласование и утверждение ПМА;

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

- проверка наличия условий, необходимых для проведения исследований;
- проведение теоретических и (или) экспериментальных исследований;
- оформление технических отчётов;
- экспертиза и утверждение результатов аттестации.

4.1.1 Планирование работ по аттестации МВИ осуществляет её разработчик за 3-6 месяцев до начала проведения аттестации, с целью координации работ между разработчиком, организацией, проводящей аттестацию или участвующим в аттестации и, проводящими экспертизу и утверждение результатов аттестации.

Примечание – «Разработчик МВИ» - юридическое лицо, разрабатывающее, внедряющее или применяющее ранее не аттестованную МВИ.

4.1.2 Требования к построению и содержанию ПМА установлены O'z DSt 8.016. Программа определяет порядок проведения экспериментальных работ, выбор средств и методов проведения экспериментов, алгоритмы обработки результатов исследований.

4.1.3 Экспертиза и согласование ПМА МВИ предназначенных для применения в сфере распространения государственного метрологического контроля и надзора проводится Агентством «Узстандарт», ГП «УзНИМ» или МС, аккредитованными на право проведения таких работ. ПМА утверждается руководителем юридического лица, проводящего аттестацию МВИ.

4.1.4 Проверка наличия условий, необходимых для проведения аттестации производится МС разработчика, либо юридического лица, проводящего аттестацию по договору с разработчиком, до начала осуществления аттестации и проверяется наличие СИ, ВО и устройств, их техническое состояние, наличие посуды, реактивов, материалов и т.д., а также наличие необходимой НД.

4.1.5 Теоритические и (или) экспериментальные исследования и расчёты метрологических характеристик проводят юридические лица, проводившие аттестацию.

4.1.6 Технический отчёт по результатам метрологической аттестации МВИ составляют юридические лица, проводящие аттестацию.

4.1.7 Экспертиза и утверждение результатов метрологической аттестации МВИ проводятся в соответствии с требованиями, установленными O'z DSt 8.016.

4.2 Метрологические характеристики точности (погрешности или неопределенности), подлежащие расчёту:

- случайная составляющая погрешности измерений $\sigma(\Delta)$, определяющая сходимость результатов параллельных наблюдений ($S_{сх}$ или $d_{сх}$) и воспроизводимость результатов измерений ($S_в$ или $d_в$);
- систематическая составляющая погрешности измерений Δc, включающая постоянную часть систематической составляющей погрешности измерений Θ_0 и варьируемую случайным образом часть систематической составляющей погрешности измерений $\Theta_в$;
- погрешность измерений Δ (показатель точности измерений).

4.3 Характеристики погрешности измерений определяют для всего диапазона измеряемых содержаний каждого компонента в пробе одним из следующих способов.

4.3.1 Весь диапазон измерений каждого компонента разбивается на поддиапазоны таким образом, чтобы отношение верхней границы содержания компонента и нижней ($X_в/X_н$) в этом поддиапазоне не превышало четырёх, например для содержаний компонентов до 10 % и 1,5 (в исключительных случаях 2) для содержаний более 10 %.

В случае, когда в МВИ массовая доля компонента в анализируемом материале нормируется односторонним пределом («не более» или «не менее») допускается проводить определение характеристик погрешности вблизи регламентированного предела диапазона.

Для каждого поддиапазона выбирается один СО или одна АС и для каждого из них определяются характеристики погрешности.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

4.3.2 В пределах всего диапазона выбирают как минимум три значения измеряемой величины (СО, АС), для них определяют характеристики погрешности, по которым затем оценивают функциональную зависимость от изменения содержания определяемого компонента.

4.4 Метрологические характеристики могут быть определены как по результатам специального (активного) эксперимента, так и по данным, накопленным при оперативном контроле точности результатов измерений в течение не более года, предшествующего аттестации (пассивного эксперимента).

4.5 Объём выборки (m) при аттестации МВИ методом активного эксперимента должен быть не менее 30 результатов измерений аттестованной характеристики СО (АС).

4.6 Не допускается произвольное исключение из выборки результатов измерений кроме «грубых промахов», порядок определения которых приведён в п.6.1 настоящего стандарта.

4.7 Измерения проводят в соответствии с документом, регламентирующим МВИ и ПМА.

Все результаты измерений должны поступать на обработку со следующим числом значащих цифр, например:

Содержание, %	Число значащих цифр (не менее)
менее 0,1	2
от 0,1 до 10	3
свыше 10	4

4.8 Для метрологической аттестации МВИ применяют СО соответствующие требованиям O'z DSt 8.004:

- состав образцов должен соответствовать области действия МВИ;
- аттестованное значение массовой доли компонента в СО должно отличаться не более чем в два раза от значений верхней и нижней границ поддиапазона измеряемых содержаний;
- СО не должны содержать компоненты, которые могут влиять на точность результатов измерений (содержание их по крайней мере не должно приводить к значительным погрешностям результатов измерений).

4.9 При отсутствии СО, необходимых для метрологической аттестации МВИ, допускается использование АС, выпускаемых серийно по соответствующей НД или приготовленных во время аттестации. Приготовление АС должно быть обоснованно и описано в соответствующей методике. Общие требования к приготовлению и аттестации АС установлены в РМГ 60-2003 [1].

5 Проведение экспериментальных исследований

5.1 При проведении экспериментальных исследований, с целью учёта влияния наибольшего числа факторов на характеристики погрешностей (неопределенности) измерений, интервал между двумя последующими измерениями должен быть не менее четырёх часов, измерения желательно проводить разными исполнителями, используя разную посуду, аппаратуру реактивы и материалы из разных партий и т.п.

5.2 Результаты измерений в одном поддиапазоне (одной точке диапазона) заносят в таблицу 5.1.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица 5.1 Результаты измерений в одном поддиапазоне

№ измерений по порядку	Результаты параллельных наблюдений						Среднее арифметическое значение параллельных наблюдений (результат измерения), $\bar{X}_j$	СКО результатов измерений, S_j
	1-ое	2-ое	…	i-ое	…	n-ое		
1	X_{11}	X_{12}	…	X_{1i}	…	X_{1n}	X_1	S_1
2	X_{21}	X_{22}	…	X_{2i}	…	X_{2n}	X_2	S_2
.	.	.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.	.	.
J	X_{j1}	X_{j2}	…	X_{ji}	…	X_{jn}	X_j	S_j
.	.	.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.	.	.
.	.	.	.	.	.	.	.	.
m	X_{m1}	X_{m2}	…	X_{mi}	…	X_{mn}	X_n	S_m

где: X_{ji} – результат i-того параллельного наблюдения j – того измерения ($I = 1, n$; $j = 1, m$);

X_j – среднее арифметическое значение параллельных наблюдений (результат j – того измерения) находят по формуле (5.1):

$$X_j = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} X_{ji} \tag{5.1}$$

S_j – СКО j–го результата измерения рассчитывают по формуле (5.2):

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\bar{X}_j - X_{ij})^2}{n-1}} \tag{5.2}$$

6 Обработка результатов экспериментальных исследований

6.1 Проверка гипотезы о случайном характере отклонений результатов измерений (выбраковка «грубых промахов»)

6.1.1 Вычисляют среднее арифметическое выборки по формуле (6.1):

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum_{j=1}^{m} \bar{X}_j}{m} \tag{6.1}$$

где: $\bar{\bar{X}}$ – среднее арифметическое выборки без выбраковки «грубых промахов»;
m – объём выборки.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.1.2 Вычисляют СКО выборки по формуле (6.2):

$$\tilde{\sigma} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m} (\overline{X} - X_j)^2}{m-1}} \quad (6.2)$$

6.1.3 По таблице А.1 определяют критическое значение максимального относительного отклонения $\tau_{кр} = f(\alpha, m)$ для объёма выборки m и уровня значимости α – вероятности того, что относительное отклонение, превышающее критическое значение не является «грубым промахом».

6.1.4 Определяют критическое значение максимального отклонения по формуле (6.3):

$$\Delta X_{кр} = \tau_{кр} \cdot \tilde{\sigma} \quad (6.3)$$

6.1.5 Определяют интервал значений результатов измерений, за пределами которого лежат «грубые промахи» по формуле (6.4):

$$\tilde{X} \pm \Delta X_{кр} \quad (6.4)$$

Все результаты измерений, лежащие вне указанного интервала («грубые промахи»), выбраковываются, т.е. исключаются из дальнейших расчётов. Объём исключенных значений не должен превышать 1/3 объёма исходной выборки, в противном случае проведенный эксперимент следует полностью повторить, проанализировав предварительно возможные причины появления «грубых промахов».

6.2 Проверка гипотезы о нормальном распределении результатов измерений проводится по составному критерию

6.2.1 Критерий I

- вычисляют среднее арифметическое результатов измерений по формуле (6.5):

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\sum_{j=1}^{m} \overline{X}_j}{m} \quad (6.5)$$

- вычисляют смещенную оценку СКО результатов измерений по формуле (6.6):

$$S^* = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m} (\overline{\overline{X}} - \overline{X}_j)^2}{m}} \quad (6.6)$$

- вычисляют выборочное значение статистики d по формуле (6.7):

$$\tilde{d} = \frac{\sum_{j=1}^{m} \left| \overline{X}_j - \overline{\overline{X}} \right|}{m \cdot S^*} \quad (6.7)$$

Результаты измерений считаются распределенными нормально по критерию I по формуле (6.8) если,

$$d_{1-\alpha/2} < \tilde{d} \leq d_{\alpha/2}. \quad (6.8)$$

D'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

где: $d_{1-\alpha/2}$ и $d_{\alpha/2}$ – квантили распределения, определяемые по таблице А.2 в зависимости от объёма выборки (m) и заранее выбранного уровня значимости критерия (α).

6.2.2 Критерий II:

- вычисляют модули разностей по формуле $|\overline{X}_j - \overline{\overline{X}}|$;
- вычисляют стандартное СКО результатов измерений по формуле (6.9):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m}(\overline{\overline{X}} - \overline{X}_j)^2}{m-1}} \qquad (6.9)$$

- вычисляют произведение по формуле (6.10):

$$S \cdot Up/2, \qquad (6.10)$$

где: $U_{p/2}$ – квантиль распределения нормированной функции Лапласа, который находится по таблице А.3;

- сравнивают вычисленные значения модулей разности $|\overline{X}_j - \overline{\overline{X}}|$ с произведением $S \cdot U_{p/2}$.

Если число модулей разности $|\overline{X}_j - \overline{\overline{X}}|$ больших $S \cdot U_{p/2}$ не превышает числа h, то гипотеза о нормальности распределения по критерию II подтверждается. Значение числа h находят по таблице А.3.

6.2.3 Если хотя бы один из критериев не соблюдается, то считается, что распределение результатов измерений не соответствует нормальному закону. В этом случае для расчётов метрологических характеристик МВИ следует прибегнуть к методам непараметрической статистики.

6.3 Расчёт показателя сходимости

6.3.1 Рассчитывают дисперсии m результатов измерений по формуле (6.11):

$$S^2_j = \frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n}(\overline{X}_j - X_{ij})^2; \quad j = \overline{1,m} \qquad (6.11)$$

6.3.2 Проверяют полученный ряд дисперсий S^2_1; S^2_2 …; S^2_j ; …S^2_m по критерию Кохрена на однородность отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий по формуле (6.12):

$$G_{расч} = \frac{S^2_{max}}{\sum_{j=1}^{m} S^2_j}; \qquad (6.12)$$

Полученное значение $G_{расч}$ сравнивают с табличным значением критерия Кохрена, которое находят по таблице А.4, выбранном в зависимости от числа дисперсий (m) и числа степеней свободы дисперсий (f), определяемом числом параллельных наблюдений и уровнем значимости.

Если $G_{расч} \geq G_{табл.}$ то результат измерений исключается из дальнейших расчётов, и проверка однородности дисперсий повторяется.

Если $G_{расч} \leq G_{табл.}$ то дисперсии однородны и могут участвовать в определении показателей сходимости.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.3.3 По значениям однородных дисперсий находят выборочное СКО по формуле (6.13):

$$S_{cx} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m} S_j^2}{m}} \qquad (6.13)$$

6.3.4 Находим генеральное значение СКО параллельных наблюдений по формуле (6.14):

$$\sigma_{cx} = S_{cx} \sqrt{\frac{f}{\chi^2_{1-\alpha/2}}} \qquad (6.14)$$

где: $\chi^2_{1-\alpha/2}$ –квантиль χ^2 распределения, определяемый по таблице А.5, в зависимости от уровня значимости и числа степеней свободы выборочного СКО;

$f = m \cdot (n-1)$ – число степеней свободы выборочного СКО.

6.3.5 Рассчитывают допустимое расхождение (сходимость) между результатами параллельных наблюдений по формуле (6.15):

$$d_{cx} = Q_{(P,n)} \cdot \sigma_{cx} \qquad (6.15)$$

где: $Q_{(P,n)}$ – табличное значение коэффициента, зависящего от числа параллельных наблюдений (n) и доверительной вероятности (P). Значение $Q_{(P,n)}$ приведено в таблице А.6.

6.4 Расчёт случайной составляющей погрешности и показателя воспроизводимости

6.4.1 Находят среднее арифметическое значение результатов измерений (выборки) по формуле (6.16):

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\sum_{j=1}^{m} \overline{X}_j}{m} \qquad (6.16)$$

6.4.2 Рассчитывают СКО результатов измерений по формуле (6.17):

$$S_B = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m} (\overline{\overline{X}} - \overline{X}_j)^2}{m-1}} \qquad (6.17)$$

6.4.3 Определяют генеральное СКО результатов измерений – случайная составляющая погрешности измерений по формуле (6.18):

$$\sigma_B = \sigma(\overset{o}{\Delta}) = S_B \sqrt{\frac{m-1}{\chi^2_{1-\alpha/2}}} \qquad (6.18)$$

6.4.4 Определяют допустимое расхождение (воспроизводимость) между результатами измерений по формуле (6.19):

$$d_B = Q_{(P,n)} \cdot \sigma_B \qquad (6.19)$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.5 Расчёт постоянной составляющей систематической погрешности

6.5.1 Находят величину расхождения между найденными результатами измерений и аттестованным значением анализируемого компонента в СО (АС) по формуле (6.20):

$$\Theta_j = \bar{X}_j - X_0; \quad j = \overline{1,m} \tag{6.20}$$

где: X_0 – аттестованное значение измеряемого компонента в СО (АС).

6.5.2 Находят среднюю величину погрешности по формуле (6.21):

$$\Theta_0 = \frac{\sum_{j=1}^{m} \theta_j}{m} \tag{6.21}$$

6.5.3 Оценивают значимость постоянной составляющей систематической погрешности по критерию Стьюдента по формуле (6.22):

$$t_{расч} = \frac{\Theta_0}{\sqrt{\frac{S_B^2}{m} + \frac{\Delta_0^2}{3}}} \tag{6.22}$$

где: S_B – СКО результатов измерений;

Δ_0 – погрешность аттестованного значения СО (АС).

Рассчитанное значение $t_{расч}$ сравнивают с табличным (таблица А.7).

Если $t_{расч} \leq t_{табл}$, то постоянная составляющая систематической погрешности незначима на фоне случайной погрешности и в этом случае величина Θ_0 принимается равной нулю.

Если $t_{расч} > t_{табл}$, то либо принимается решение об использовании Θ_0 как систематической поправки к результату измерений (путём вычитания Θ_0 из результата любого измерения, полученного по методике), либо, если позволяет требуемая точность поправки не вводить, либо переработать МВИ с целью выявления и устранения причин, приводящих к значимой систематической погрешности.

6.6 Расчёт варьируемой составляющей систематической погрешности

6.6.1 При расчёте варьируемой составляющей погрешности, когда априори не было выявлено значимого влияния факторов пробы или влияние факторов не учитывается.

Оценивают отношение погрешности аттестованного значения компонента в СО и СКО результата измерений по формулам (6.23), (6.24), (6.25) и (6.26):

$$E = \frac{\Delta_0 \cdot \sqrt{m}}{S_B} \tag{6.23}$$

Если E < 0,8, то

$$\Theta_в = \frac{2 \cdot S_B}{\sqrt{m}} \tag{6.24}$$

Если E > 8, то

$$\Theta_в = \Delta_0 \tag{6.25}$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Если $0,8 \le E \le 8$, то

$$\Theta_в = \frac{\Delta_о + \frac{2 \cdot S_В}{\sqrt{m}}}{\frac{\Delta_о}{\sqrt{3}} + \frac{S_В}{\sqrt{m}}} \cdot \sqrt{\frac{\Delta^2_о}{3} + \frac{S^2_В}{m}} \qquad (6.26)$$

6.6.2 Расчёт варьируемой составляющей погрешности (неопределенности), когда априори выявлено значимое влияние факторов пробы.

При оценивании систематической составляющей погрешности измерений, для МВИ с уставленным диапазоном допускаемых вариаций влияющих факторов, используется однофакторный или многофакторный эксперимент.

При числе факторов больше одного многофакторный эксперимент, учитывающий совместное влияние всех факторов, предпочтительнее, так как связан с меньшим объёмом экспериментальных работ и обеспечивает более точную оценку систематической составляющей погрешности измерений.

Применение многофакторного эксперимента требует специального математического обеспечения (вычислительной техники, разработанных программ).

Для проведения однофакторного эксперимента необходимо иметь четыре образца для аттестации: два с массовой долей определяемого компонента вблизи нижней границы диапазона измерений, два – вблизи верхней границы. В каждой паре СО (АС) содержание влияющего фактора пробы (массовой доли мешающего компонента) должно находиться в одном образце вблизи нижней границы его возможных значений, а в другом – вблизи верхней.

В каждом СО (АС) измеряют содержание аттестованного компонента L раз ($L \ge 5$).

Результаты оформляют в соответствии с таблицей 6.1.

Таблица 6.1

№ образца п/п	Состав образцов		Результаты измерений	Среднее значение результатов измерений
	Массовая доля измеряемого компонента	Массовая доля мешающего компонента		
1	Вблизи нижней границы диапазона	Вблизи нижней границы диапазона	$Хнн_{11}; Хнн_{21}; \ldots Хнн_{L}$	$\overline{X}_{нн}$
2	Вблизи нижней границы диапазона	Вблизи верхней границы диапазона	$Хнв_{11}; Хнв_{21}; \ldots Хнв_{l}$	$\overline{X}_{нв}$
3	Вблизи верхней границы диапазона	Вблизи нижней границы диапазона	$Хвн_{11}; Хвн_{21}; \ldots Хвн_{L}$	$\overline{X}_{вн}$
4	Вблизи верхней границы диапазона	Вблизи верхней границы диапазона	$Хвв_{11}; Хвв_{21}; \ldots Хвв_{L}$	$\overline{X}_{вв}$

Эффект влияния факторов пробы на каждой из границ диапазона рассчитывают по формулам (6.27), (6.28) , (6.29) и (6.30):

$$\Theta_{(Сн)} = \frac{1}{2}|\bar{X}_{нн} - \bar{X}_{нв}| + \frac{2S_{(С_Н)}}{\sqrt{2L}} \qquad (6.27)$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$\Theta_{(C_B)} = \frac{1}{2}|\bar{X}_{BB} - \bar{X}_{BH}| + \frac{2S_{(C_B)}}{\sqrt{2L}} \quad (6.28)$$

где

$$S_{(C_H)} = \frac{\sigma_{(\Delta)_{(C_H)}}}{\gamma_{(f_H)}} \quad (6.29)$$

$$S_{(C_B)} = \frac{\sigma_{(\Delta)_{(C_B)}}}{\gamma_{(f_B)}} \quad (6.30)$$

$\gamma(f)$ – коэффициент определяемый по таблице А.8;

$C_н$, $C_в$ – значения аттестованных характеристик СО (АС) с массовой долей определенного компонента вблизи нижней и верхней границ диапазона измерений.

Для каждой границы оценивают постоянную составляющую систематической погрешности измерений по формулам (6.31), (6.32), (6.33) и (6.34):

$$\Theta_{OH} = \left|\bar{\bar{X}}_н - C_H\right| + \delta_H \quad (6.31)$$

$$\Theta_{OB} = \left|\bar{\bar{X}}_B - C_B\right| + \delta_B \quad (6.32)$$

$$\bar{\bar{X}}_H = \frac{1}{2}(\bar{X}_{HH} + \bar{X}_{HB}) \quad (6.33)$$

$$\bar{\bar{X}}_B = \frac{1}{2}(\bar{X}_{BB} + \bar{X}_{BH}) \quad (6.34)$$

$\delta_н$, $\delta_в$ – вычисляют аналогично $\Theta_в$ в п.6.6.1

6.7 Расчёт систематической составляющей погрешности

6.7.1 Расчёт систематической составляющей погрешности, когда априори не было выявлено или не учитывается влияние факторов пробы, ведётся по формуле (6.35):

$$\Delta c = \Theta_б + \Theta_в \quad (6.35)$$

Примечание - Если принято решение о введение поправки в результат измерений на величину постоянной составляющей систематической погрешности, тогда $\Delta c = \Theta_в$

6.7.2 Расчёт систематической составляющей погрешности, когда априори выявлено значимое влияние факторов пробы ведётся по формулам (6.36) и (6.37):

а) для однофакторного эксперимента:

$$\Delta_{C_{(C_H)}} = 1{,}1\sqrt{\Theta^2_{(C_H)} + \Theta^2_{OH}} \quad (6.36)$$

$$\Delta_{C_{(C_B)}} = 1{,}1\sqrt{\Theta^2_{(C_B)} + \Theta^2_{OB}} \quad (6.37)$$

O'z STANDARTLASHTIRISH AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

В целом для диапазона измерений $\Delta_{c(C)}$ находят путём линейной интерполяции по формуле (6.38):

$$\Delta_{c(C)} = \Delta_{c(C_H)} + (C - C_H)\frac{\Delta_{c(C_B)} - \Delta_{c(C_H)}}{C_B - C_H} \quad (6.38)$$

б) для многофакторного эксперимента, в общем виде по формуле (6.39):

$$\Delta_C = k\sqrt{\Theta_O^2 + \sum_{i=1}^{m}\Theta_{Bi}^2} \quad (6.39)$$

где: Θ_{Bi} – варьируемая, в зависимости от i-го фактора, часть систематической погрешности;

k – коэффициент, определяемый по ГОСТ 8.207.

Примечание – При проведении многофакторного эксперимента, в зависимости от используемого эксперимента, расчётная формула будет иметь другой, гораздо более сложный вид.

6.8 Расчёт погрешности измерений (показателя точности измерений)

Значение характеристики погрешности определяют по формулам (6.40), (6.41), (6.42) и (6.43):

$$\text{Если} \quad \frac{\Delta_c}{\overset{o}{\sigma}(\Delta)} < 0{,}8 \text{ и } \Delta c < 0{,}8\cdot\sigma(\overset{o}{\Delta}), \quad \text{то } \Delta = Up\cdot\sigma(\overset{o}{\Delta}) \quad (6.40)$$

$$\text{если} \quad \frac{\Delta_c}{\overset{o}{\sigma}(\Delta)} > 8 \quad \text{и} \quad \Delta c > 8\cdot\sigma(\overset{o}{\Delta}), \quad \text{то } \Delta = \Delta c \quad (6.41)$$

$$\text{если} \quad 0{,}8 < \frac{\Delta_c}{\sigma(\Delta)} < 8 \text{ и } 0{,}8\cdot\sigma(\Delta) < \Delta_c < 8\cdot\sigma(\Delta) \quad (6.42)$$

то расчет погрешности измерений вычисляют по формуле:

$$\Delta = \frac{\Delta c + U_p\cdot\sigma(\overset{o}{\Delta})}{\frac{\Delta c}{K_p\sqrt{3}} + \sigma(\overset{o}{\Delta})}\cdot\sqrt{\frac{\Delta^2 c}{3K_p^2} + \sigma(\overset{o}{\Delta})^2} \quad (6.43)$$

где: U_p – квантиль нормального распределения (при P=0,95, Up=2);

K_p – коэффициент равный 1,1 при P=0,95, для других случаев K_p определяется по ГОСТ 8.207.

6.9 Расчет зависимости случайной составляющей погрешности от измеряемой концентрации

6.9.1 В соответствии с разделом 5 проводят экспериментальные исследования в соответствии с порядком их проведения в R (R≥3) точках диапазона измерений.

Примечание – Целесообразно проводить эксперименты в начале, в середине и конце диапазона.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.9.2 В соответствии с пунктами 6.1 и 6.2 проводят предварительную обработку исходных данных.

6.9.3 Оценивают однородность дисперсий всех R результатов измерений ($S_{в1}^2; S_{в2}^2 \cdots S_{вR}^2$, рассчитанных согласно 6.4.2) по критерию Фишера, путем определения отношения максимальной из дисперсий к минимальной по формуле (6.44):

$$F = \frac{S_{B\max}^2}{S_{B\min}^2} \qquad (6.44)$$

Сравнивают расчётное значение F с табличным (А.9), где f_1 – число степеней свободы максимальной дисперсии, f_2 – число степеней свободы минимальной дисперсии.

Если $F<F_{табл.}$, то выборочные дисперсии можно считать однородными. В этом случае случайная составляющая погрешности не зависит от измеряемого значения содержания компонента и для всего диапазона измерений устанавливают одно значение показателя воспроизводимости по формуле (6.45):

$$\sigma_в = \sigma(\dot{\Delta}) = \gamma(f) \cdot \sqrt{\frac{\sum_{r}^{R}(m_r - 1) \cdot S_{br}^2}{\sum_{r=1}^{R}(m_r - 1)}} \qquad (6.45)$$

где: $\gamma(f)$ - коэффициент, определяемый по таблице А.8 при $f = \sum_{r=1}^{R}(m_r - 1)$.

Если $F>F_{табл.}$ И выборочные дисперсии неоднородны, устанавливают функциональную зависимость (например линейная) по формуле (6.46):

$$\sigma_в(x) = a+bx \qquad (6.46)$$

Методом наименьших квадратов оценивают значения параметров уравнения связи по формулам (6.47) и (6.48):

$$b = \frac{R \cdot \sum_{r=1}^{R} \bar{x} \cdot \sigma_{br} - \sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r \cdot \sum_{r=1}^{R} \sigma_{br}}{R\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r^2 - (\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r)^2} \qquad (6.47)$$

$$a = \frac{\sum_{r=1}^{R}(\bar{x}_r)^2 \cdot \sum_{r=1}^{R} \sigma_{br} - \sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r \cdot \sigma_{br} \cdot \sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r}{R\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r^2 - (\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r)^2} \qquad (6.48)$$

где: $\bar{x}_2$ – среднее арифметическое значение результатов измерений в r-ом поддиапазоне (находят по формуле 6.16);

σ_{br} - генеральное СКО результатов измерений в r-ом поддиапазоне (находят по формуле 6.18).

Адекватность экспериментальных данных предполагаемой зависимости проверяют путем сравнения выборочного коэффициента корреляции по формуле (6.49):

D:\ZSTANDART_AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$k = \frac{R \cdot \sum_{r=1}^{R} x \cdot \sigma_{br} - \sum_{r=1}^{R} x_r \cdot \sum_{r=1}^{R} \sigma_{br}}{R\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r^2 - (\sum_{r=1}^{R} \bar{x}_r)^2 \cdot \; R\sum_{r=1}^{R} \sigma_{br}^2 - (\sum_{r=1}^{R} \sigma_{br})^2} \qquad (6.49)$$

с табличным значением k (таблица А.10) при числе степеней свободы f = R-1.

Если $k > k_{табл.}$, то экспериментальные данные не противоречат выбранному виду зависимости.

Если $k < k_{табл.}$, то необходимо либо изменить вид зависимости на более сложный, либо провести расчеты метрологических характеристик для каждого поддиапазона.

Аналогичным образом рассчитывают зависимость генерального значения СКО параллельных наблюдений от изменения концентрации.

6.10 Расчет зависимости систематической составляющей погрешности от измеряемой концентрации

6.10.1 В соответствии с разделом 5 проводят экспериментальные исследования в R (R≥3) точках диапазона измерений.

Примечание – Целесообразно проводить экспериментальные исследования в начале, середине и конце диапазона.

6.10.2 Проводят предварительную обработку исходных данных в соответствии с п.6.1, 6.2.

6.10.3 Устанавливают модель зависимости систематической погрешности от концентрации аттестуемого компонента, например, для линейной зависимости по формуле:

$$\Delta_c(x) = a + bx \qquad (6.50)$$

6.10.4 Методом наименьших квадратов по уравнениям, аналогичным (6.47) и (6.48) определяют коэффициенты a и b (вместо σ_{br} в уравнения подставляются Δ_{cr}).

6.10.5 Для проверки адекватности модели экспериментальным данным вычисляют дисперсии по формулам:

$$S_L^2 = \frac{\sum_{r=1}^{R} (\Delta_{cr} - \Delta_c(x)_r)^2}{R-1} \qquad (6.51)$$

$$S_o^2 = \frac{\sum_{r=1}^{R} (m_r - 1) \cdot S_{br}^2}{(\sum_{r=1}^{R} m_r) - R} \qquad (6.52)$$

где: Δ_{cr} – значение систематической погрешности, полученное по экспериментальным данным для r-го поддиапазона;

$\Delta_c(x)_r$ – значение систематической погрешности, рассчитанное по формуле (6.50) для r-го поддиапазона.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

6.10.6 Определяют значение $F = \frac{S_L^2}{S_o^2}$ и сравнивают с его табличным значением $F_{табл.}$

Для числа степеней свободы ($f_1 = f_L = m-1$; $f_2 = f_o = \sum_{r=1}^{R}(m_r) - R$).

Если $F \leq F_{табл.}$, это значит, что экспериментальные данные не противоречат выбранной модели.

Если $F > F_{табл.}$, то необходимо изменить вид зависимости на более сложный, либо провести расчеты метрологических характеристик для каждого поддиапазона.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение А
(справочное)
Коэффициенты, используемые в расчетах методом математической статистики

Таблица А.1- Критическое значение максимального относительного отклонения $\tau_{кр} = f(\alpha,m)$

m	Уровень значимости, α			
	0,10	0,05	0,025	0,01
3	1,41	1,41	1,41	1,41
4	1,65	1,69	1,71	1,72
5	1,79	1,87	1,92	1,96
6	1,89	2,00	2,07	2,13
7	1,97	2,09	2,18	2,27
8	2,04	2,17	2,27	2,37
9	2,10	2,27	2,35	2,46
10	2,15	2,29	2,41	2,54
11	2,19	2,34	2,47	2,61
12	2,23	2,39	2,52	2,66
13	2,26	2,43	2,56	2,71
14	2,30	2,46	2,60	2,76
15	2,33	2,49	2,64	2,80
16	2,35	2,52	2,67	2,84
17	2,38	2,55	2,70	2,87
18	2,40	2,58	2,73	2,90
19	2,43	2,60	2,75	2,93
20	2,45	2,62	2,78	2,96
21	2,47	2,64	2,80	2,98
22	2,49	2,66	2,82	3,01
23	2,50	2,68	2,84	3,03
24	2,52	2,70	2,86	3,05
25	2,54	2,72	2,88	3,07
26	2,55	2,74	2,90	3,09
27	2,56	2,76	2,92	3,11
28	2,57	2,77	2,94	3,13
29	2,58	2,79	2,96	3,15
30	2,59	2,80	2,98	3,17

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.2 – Статистика d

Объём выборки	$d_{\alpha/2}$		$d_{1-\alpha/2}$	
	α =0,05	**α=0,01**	**α=0,05**	**α=0,01**
16	0,8884	0,9137	0,7236	0,6829
21	0,8768	0,900	0,7304	0,6950
26	0,8686	0,8901	0,7360	0,7040
31	0,8625	0,8826	0,7404	0,7110
36	0,8578	0,8769	0,7440	0,7167
41	0,8540	0,8722	0,7470	0,7216
47	0,8508	0,8682	0,7496	0,7256
51	0,8481	0,8648	0,7518	0,7291

Значения статистики d приведены при доверительной вероятности P=0,95 и P=0,99, уровни значимости соответственно α =0,05 и α=0,01.

Таблица А.3 – Значения величин h и $U_{p/2}$ для оценки нормальности распределения

Объём выборки	h	$U_{p/2}$
Для доверительной вероятности P=0,95		
10	1	2,05
11-14	1	2,17
15-20	1	2,33
21-23	2	2,05
24-27	2	2,17
28-49	2	2,33
Для доверительной вероятности P=0,99		
10	1	2,33
11-20	1	2,58
21-27	2	2,33
28-49	2	2,58

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.4 – Критические точки распределения Кохрена (предел отношения наибольшей S^2_{max} эмпирической дисперсии к сумме $\sum_{j=1}^{m} S_j^2$ эмпирических дисперсий)

Число дисперсий (объём выборки) m	**Число степеней свободы максимальной дисперсии f_{max}= n-1**						
	1	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**
Для уровня значимости α =0,05							
20	0,3894	0,2705	0,2205	0,1921	0,1735	0,1602	0,1501
24	0,3434	0,2354	0,1907	0,1656	0,1493	0,1374	0,1286
30	0,2929	0,1980	0,1593	0,1377	0,1237	0,1137	0,1061
40	0,2370	0,1576	0,1259	0,1082	0,0968	0,0887	0,0827
60	0,1737	0,1131	0,0895	0,0765	0,0682	0,0623	0,0583
120	0,0998	0,0632	0,0495	0,0419	0,0371	0,0337	0,0312
Для уровня значимости α=0,01							
20	0,4799	0,3297	0,2654	0,2288	0,2048	0,1877	0,1748
24	0,4247	0,2871	0,2295	0,1970	0,1759	0,1608	0,1495
30	0,3632	0,2412	0,1913	0,1635	0,1454	0,1327	0,1232
40	0,2940	0,1915	0,1508	0,1281	0,1135	0,1033	0,0957
60	0,2151	0,1371	0,1069	0,0902	0,0796	0,0722	0,0668
120	0,1225	0,0759	0,0585	0,0489	0,0429	0,0387	0,0357

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.5 – Значения $\chi^2_{1-\alpha/2}$ при уровне значимости α =0,05.

Число степеней свободы *f*	$\chi^2_{1-\alpha/2}$	**Число степеней свободы *f***	$\chi^2_{1-\alpha/2}$
1	0,00098	36	21,3
2	0,051	37	22,1
3	0,22	38	22,9
4	0,48	39	23,7
5	0,83	40	24,4
6	1,24	41	25,2
7	1,69	42	26,0
8	2,18	43	26,8
9	2,70	44	27,6
10	3,25	45	28,4
11	3,82	46	29,2
12	4,40	47	30,0
13	5,01	48	30,8
14	5,63	49	31,6
15	6,26	50	32,4
16	6,91	51	33,2
17	7,56	52	34,0
18	8,23	53	34,8
19	8,91	54	35,6
20	9,59	55	36,4
21	10,3	56	37,2
22	11,0	57	38,0
23	11,7	58	38,8
24	12,4	59	39,7
25	13,1	60	40,5
26	13,8	61	41,3
27	14,6	62	42,1
28	15,3	63	43,0
29	16,0	64	43,8
30	16,8	65	44,6
31	17,5	66	45,4
32	18,3	67	46,3
33	19,0	68	47,1
34	19,8	69	47,9
35	20,6	70	48,8

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.6 – Значения $Q_{(P,n)}$ в зависимости от P и n.

N	P=0,90	P=0,95	P=0,99
2	2,33	2,77	3,64
3	2,90	3,31	4,12
4	3,24	3,63	4,40
5	3,48	3,86	4,60
6	3,66	4,03	4,76
7	3,81	4,17	4,88
8	3,93	4,29	4,99

Таблица А.7 – Значения t-критерия Стьюдента двухсторонний критерий), **α =0,05.**

Число степеней свободы *f*	t-критерий	Число степеней свободы *f*	t-критерий
1	12,71	18	2,10
2	4,30	19	2,09
3	3,18	20	2,09
4	2,78	21	2,08
5	2,57	22	2,07
6	2,45	23	2,07
7	2,37	24	2,06
8	2,31	25	2,06
9	2,26	26	2,06
10	2,23	27	2,05
11	2,20	28	2,05
12	2,18	29	2,04
13	2,16	30	2,04
14	2,15	40	2,02
15	2,13	60	2,00
16	2,12	120	1,98
17	2,11	∞	1,96

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.8 – Значения коэффициента $\gamma(f)$, учитывающего смещённость оценки СКО в зависимости от числа степеней свободы.

Число степеней свободы f	γ	**Число степеней свободы f**	γ
1	6,483	17	1,077
2	2,195	18	1,072
3	1,623	19	1,068
4	1,416	20	1,064
5	1,312	21	1,061
6	1,248	22	1,058
7	1,207	23	1,056
8	1,176	24	1,053
9	1,154	25	1,051
10	1,137	26	1,049
11	1,123	27	1,047
12	1,112	28	1,045
13	1,102	29	1,043
14	1,094	30	1,042
15	1,087	40	1,031
16	1,082		

Таблица А.9 – Критические значения F- критерия (критерия Фишера) при уровне значимости α =0,05.

f_1 – число степеней свободы максимальной дисперсии, f_2 – число степеней свободы минимальной дисперсии.

f_2 \ f_1	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**12**	**24**	∞
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,41	19,45	19,50
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	5,91	5,77	5,53
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,00	3,84	3,67
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,28	3,12	2,93
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	2,91	2,74	2,54
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,48	2,29	2,07
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,28	2,08	1,84
25	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,16	1,96	1,71
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,09	1,89	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,00	1,79	1,51
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	1,95	1,74	1,44
60	4,00	3,15	2,76	2,52	2,37	2,25	1,92	1,70	1,39
125	3,92	3,07	2,68	2,44	2,29	2,17	1,83	1,60	1,25
∞	3,84	2,99	2,60	2,37	2,31	2,09	1,75	1,52	1,00

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица А.10 – Значения коэффициента корреляции (k) для уровня значимости α =0,05 (двусторонний критерий) при числе степеней свободы f.

f	k	f	k
1	0,997	16	0,468
2	0,950	17	0,456
3	0,878	18	0,444
4	0,811	19	0,433
5	0,754	20	0,423
6	0,707	25	0,381
7	0,666	30	0,349
8	0,632	35	0,325
9	0,602	40	0,304
10	0,576	45	0,287
11	0,553	50	0,237
12	0,532	60	0,250
13	0,514		
14	0,497		
15	0,482		

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Приложение В
(справочное)

Примеры

В.1 Расчёт метрологических характеристик МВИ массовой доли меди в молибденовом продукте в диапазоне от 0,0050% включительно до 3,00 %.

Весь диапазон измерений делят на поддиапазоны как указано в таблице В.1

Таблица В.1 – Таблица поддиапазонов

Номер поддиапазона	Массовая доля меди, %
1	от 0,0050 до 0,015 включ.
2	от 0,015 до 0,060 включ.
3	от 0,060 до 0,18 включ.
4	от 0,18 до 0,60 включ.
5	от 0,60 до 1,20 включ.
6	от 1,20 до 3,00 включ.

Аттестация может быть проведена путём проведения экспериментальных исследований в каждом поддиапазоне с применением СО состава молибденовых продуктов с аттестованными характеристиками массовой доли меди 0,0056, 0,053, 0,104, 0,337, 1,11 и 1,55 %.

Для выявления функциональной зависимости характеристик погрешности от изменения массовой доли меди, экспериментальные исследования проведём в трёх точках диапазона с СО с аттестованным содержанием массовой доли меди 0,0056, 0,337 и 1,55 %.

Для оценки характеристик погрешности отобрано по 30 проб соответствующего СО и проведены измерения массовой доли меди с тремя параллельными наблюдениями.

В.1.1 Пример 1.

Определение характеристик погрешности МВИ массовой доли меди в диапазоне от 0,0050 включительно до 0,015 % с использованием СО с содержанием 0,0056 % меди, установленного с погрешностью 0,0006 %.

Результаты измерений приведены в таблице В.2.

Таблица В.2 – Результаты определения массовой доли меди в СО, содержащего 0,0056 % меди.

№ измерения	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения, $\bar{X}_j$	СКО результата измерения, S_j
	X_1	X_2	X_3		
1	0,0068	0,0062	0,0062	0,0064	0,00035
2	0,0062	0,0058	0,0056	0,0059	0,00031
3	0,0064	0,0070	0,0062	0,0065	0,00042
4	0,0054	0,0048	0,0046	0,0049	0,00042
5	0,0043	0,0050	0,0050	0,0048	0,00040
6	0,0062	0,0062	0,0068	0,0064	0,00035
7	0,0052	0,0058	0,0058	0,0056	0,00035
8	0,0060	0,0054	0,0054	0,0056	0,00035

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Окончание таблицы В.2

9	0,0050	0,0048	0,0052	0,0050	0,00020
10	0,0062	0,0056	0,0058	0,0059	0,00031
11	0,0054	0,0060	0,0058	0,0057	0,00031
12	0,0062	0,0062	0,0060	0,0061	0,00012
13	0,0062	0,0054	0,0056	0,0057	0,00042
14	0,0058	0,0052	0,0062	0,0057	0,00050
15	0,0062	0,0060	0,0054	0,0059	0,00042
16	0,0048	0,0048	0,0056	0,0051	0,00046
17	0,0054	0,0062	0,0060	0,0059	0,00042
18	0,0050	0,0048	0,0056	0,0051	0,00042
19	0,0062	0,0058	0,0056	0,0059	0,00031
20	0,0058	0,0052	0,0058	0,0056	0,00035
21	0,0060	0,0062	0,0060	0,0061	0,00012
22	0,0082	0,0082	0,0080	0,0081	0,00012
23	0,0054	0,0054	0,0056	0,0055	0,00012
24	0,0068	0,0054	0,0054	0,0059	0,00081
25	0,0060	0,0054	0,0060	0,0058	0,00035
26	0,0062	0,0062	0,0058	0,0061	0,00023
27	0,0040	0,0042	0,0040	0,0041	0,00012
28	0,0060	0,0062	0,0058	0,0060	0,00020
29	0,0054	0,0054	0,0058	0,0055	0,00023
30	0,0058	0,0056	0,0056	0,0057	0,00012

В.1.1.1 Определение «грубых промахов»

По уравнениям (6.1) и (6.2) вычисляют среднее арифметическое результатов параллельных наблюдений и их СКО:

$$\bar{X} = 0{,}005729$$

$$\tilde{\sigma} = 0{,}0006836$$

По таблице (А.1) определяют значение максимального относительного отклонения $\tau_{кр}$ для объёма выборки m = 30 и уровня значимости $\alpha = 0{,}05$:

$$\tau_{кр} = 2{,}80$$

По формуле (6.3) определяют критическое значение максимального отклонения:

$$\Delta X_{кр} = 2{,}80 \cdot 0{,}0006836 = 0{,}001914$$

По формуле (6.4) определяют интервал значений результатов измерений, за пределами которого результаты измерений, являются «грубым промахом»:

$$\bar{X} \pm \Delta X_{кр} = 0{,}005729 \pm 0{,}001914$$

или

$$\bar{X} - \Delta X_{кр} < X + \Delta X_{кр} \quad 0{,}003815 < X < 0{,}007643$$

В таблице В.2 вне этого интервала находится результат измерений под номером 22, который следует исключить как «грубый промах», расчёт повторить для оставшихся 29 результатов измерений.

$$\bar{X} = 0{,}005646$$

$$\tilde{\sigma} = 0{,}0005202$$

$$\tau_{кр} = 2{,}79$$

$$\Delta X_{кр} = 0{,}001451$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$0{,}004195 < X < 0{,}007097$$

Следовательно, необходимо исключить результат под номером 27, а расчёты повторить для оставшихся 28 результатов измерений.

$$\bar{X} = 0{,}005702$$
$$\tilde{\sigma} = 0{,}00043$$
$$\tau_{кр} = 2{,}77$$
$$\Delta X_{кр} = 0{,}001191$$
$$0{,}004511 < X < 0{,}006893$$

Все результаты измерений укладываются в рассчитанный интервал и, следовательно, «грубых промахов» не содержат.

В.1.1.2 Проверка гипотезы о нормальности распределения результатов измерений.

Гипотезу о нормальности распределения результатов измерений проверяют по составному критерию (критерию I и критерию II).

По критерию I.

По формулам (6.5) и (6.6) рассчитывают среднее арифметическое результатов измерений и смещённую оценку их СКО:

$$\bar{X} = 0{,}005702 \quad \text{и} \quad S^* = 0{,}0004222$$

Вычисляют по формуле (6.7) выборочное значение статистики d:

$$d = 0{,}8006$$

По таблице А.2 находят квантили распределения для уровня значимости α=0,05 и объема выборки m =28

$$d_{1-\alpha/2} = 0{,}7378$$
$$d_{\alpha/2} = 0{,}8662$$

Рассчитанное значение d находится в интервале $d_{1-\alpha/2} < d \le d_{\alpha/2}$,

$$0{,}7378 < 0{,}8006 < 0{,}8662$$

Следовательно, результаты измерений удовлетворяют критерию I.

По критерию II.

Вычисляют модули разностей $\left|\bar{X}_j - \bar{\bar{X}}\right|$, приведённые в таблице В.3.

Таблица В.3 – Результаты промежуточных расчётов.

№ измерения	Результат измерения, $\bar{X}_j$	Модуль разности $\left\|\bar{X}_j - \bar{\bar{X}}\right\|$	Дисперсия результатов измерений $S_j^2 \cdot 10^{-7}$	СКО результата измерения S_j	Θ_j
1	0,064000	0,000598	1,197	0,000346	0,000800
2	0,005867	0,000165	0,930	0,000306	0,000267
3	0,006533	0,000831	1,730	0,000416	0,000933
4	0,004933	0,000769	1,730	0,000416	-0,000667
5	0,004933	0,000769	0,132	0,000115	-0,000667
6	0,006400	0,000698	1,197	0,000346	0,000800
7	0,005600	0,000102	1,197	0,000346	0

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH BOSHQARMASI

Окончание таблицы В.3

8	0,005600	0,000102	1,197	0,000346	0
9	0,005000	0,000702	0,400	0,000200	-0,000600
10	0,005867	0,000165	0,930	0,000306	0,000267
11	0,005733	0,000031	0,930	0,000306	0,000133
12	0,006133	0,000431	0,132	0,000115	0,000533
13	0,005733	0,000031	1,730	0,000416	0,000133
14	0,005400	0,000302	1,197	0,000346	-0,000200
15	0,005867	0,000165	1,730	0,000416	0,000257
16	0,005057	0,000635	2,130	0,000462	-0,000533
17	0,005867	0,000165	1,730	0,000416	0,000287
18	0,005133	0,000569	1,730	0,000416	-0,000467
19	0,005867	0,000165	0,930	0,000306	0,000267
20	0,005600	0,000102	0,970	0,000346	0
21	0,005067	0,000365	0,132	0,000115	0,000467
22	0,005467	0,000235	0,132	0,000115	-0,000133
23	0,005533	0,000169	0,534	0,000231	-0,000067
24	0,005803	0,000098	1,970	0,000346	0,000200
25	0,005067	0,000365	0,534	0,000231	0,000467
26	0,006000	0,000298	0,400	0,000200	0,000400
27	0,005533	0,000169	0,534	0,000231	-0,000067
28	0,005667	0,000035	0,132	0,000105	0,000067

Вычисляют СКО результатов измерений по формуле (6.9)

$$S = 0,00043$$

По таблице А.3 находят квантиль распределения нормированной функции Лапласа для доверительной вероятности p = 0,95 и объёма выборки m = 28

$$U_{p/2} = 2,33$$

и вычисляют произведение

$$S \cdot U_{p/2} = 0,00043 \cdot 2,33 = 0,001002$$

Сравнение вычисленных модулей разности с произведением $S \cdot U_{p/2}$ показывает, что ни один из них не превышает величины 0,001002, следовательно, результаты измерений удовлетворяют критерию II.

Таким образом, гипотеза о нормальном распределении результатов измерений не отвергается и они могут быть использованы для расчёта характеристик погрешности МВИ.

В.1.1.3 Расчёт показателя сходимости между результатами параллельных наблюдений

Рассчитывают дисперсии m результатов измерений по формуле (6.11) и заносят в таблицу В.3.

Полученный ряд дисперсий проверяют S_1^2, S_2^2, $S_3^2 \ldots S_j^2 \ldots S_n^2$ на однородность по критерию Кохрена. Для этого вычисляют отношение максимальной дисперсии к сумме всех дисперсий по формуле (6.12):

$$G_{расч} = \frac{2,13 \cdot 10^{-7}}{29,217 \cdot 10^{-7}} = 0,0729$$

По таблице А.4 определяют табличное значение критерия Кохрена для числа дисперсий m = 28 и числа степеней свободы, связанной с дисперсии f=n-1=2.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$G_{табл} = 0,2105$$

Расчётное значение не превышает табличного, следовательно, дисперсии результатов измерений однородны.

Рассчитывают выборочное СКО по формуле (6.13):

$$S_{ex} = \sqrt{\frac{29,217 \cdot 10^{-7}}{28}} = 0,000323$$

Определяют генеральное значение СКО параллельных наблюдений по формуле (6.14):

$$\sigma_{ex} = 0,000323 \sqrt{\frac{28 \cdot (3-1)}{37,2}} = 0,00396,$$

где: 37,2 — значение $\chi^2_{1-\alpha/2}$ найденное по таблице А.5 для числа степеней свободы $f=m(n-1)=28(3-1)=56$

Рассчитывают допустимое расхождение (сходимость) между результатами параллельных наблюдений по формуле (6.15):

$$d_n = d_{ex} = Q_{(P,n)} \cdot \sigma_{ex} = 3,31 \cdot 0,000396 = 0,0013$$

Значение $Q_{(p,n)}$ для p = 0,95 и n = 3 найдено в таблице А.6.

В.1.1.4 Расчёт случайной составляющей погрешности и показателя воспроизводимости.

По формулам (6.16) и (6.17) находят среднее арифметическое значение результатов измерений и их СКО:

$$\bar{\bar{X}} = 0,005702$$
$$S_B = 0,00043$$

Определяют значение генерального СКО результатов измерений – случайную составляющую погрешности по формуле (6.18):

$$\sigma_B = \sigma(\Delta) = 0,00043 \quad \frac{27}{14,6} = 0,000585$$

Определяют значение допустимого расхождения (воспроизводимость) между результатами измерений по формуле (6.19):

$$d_в = Q_{(P,n)} \cdot \sigma_B = 2,77 \cdot 0,000585 = 0,0016$$

В.1.1.5 Расчёт постоянной составляющей систематической погрешности

Находят величину расхождения между результатами измерений и аттестованным значением массовой доли меди в СО по формуле (6.20).

Полученные данные приведены в таблице В.3.

Находят среднюю величину погрешности по формуле (6.21):

$$\Theta_0 = \frac{0,002867}{28}$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Определяют расчётное значение критерии Стьюдента по формуле (6.22):

$$t_{расч} = \frac{0,000102}{\frac{1,849 \cdot 10^{-7}}{28} + \frac{3,6 \cdot 10^{-7}}{3}} = \frac{0,000102}{0,000356} = 0,287$$

так как $t_p < 0,287 < t_{табл.} = 2,05$, постоянная составляющая систематической погрешности не значима на фоне случайной.

В.1.1.6 Расчёт варьируемой составляющей систематической погрешности.

Значимого влияния факторов пробы априори не выявлено. Оценивают отношение погрешности аттестованного значения СО и СКО результатов измерений по формуле (6.23):

$$E = \frac{0,0006 \cdot 28}{0,00043} = 7,38$$

Так как $0,8 < E < 8$, то расчёт варьируемой составляющей проводят по формуле (6.26):

$$\Theta_в = \frac{0,0006 + \frac{2 \cdot 0,00043}{\sqrt{28}}}{\frac{0,0006}{\sqrt{3}} + \frac{0,00043}{\sqrt{28}}} \cdot \sqrt{\frac{0,0006^2}{3} + \frac{0,00043^2}{28}} = \frac{0,0006 + 0,00016}{0,00035 + 0,0000813} \cdot$$

$$\cdot \sqrt{1,2 \cdot 10^{-7} + 6,6 \cdot 10^{-9}} = \frac{0,00076}{0,00043} \cdot 0,0003558 = 0,00064$$

В.1.1.7 Расчёт систематической составляющей погрешности

Поскольку принято решение поправку не вводить, расчёт систематической составляющей погрешности ведут по формуле (6.35):

$$\Delta_c = 0,000102 + 0,00064 = 0,000742$$

В.1.1.8 Расчёт погрешности измерений (показателя точности измерений)

Оценивают величину систематической и случайной составляющих погрешности:

$$\frac{\Delta c}{\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)} = \frac{0,000742}{0,000585} = 1,26$$

Поскольку $\Delta_C = 1,26 \cdot \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$, т.е. $\Delta_C > 0,8\ \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$ и $\Delta_C < 8\ \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$, то расчёт погрешности ведут по уравнению (6.43):

$$\Delta = \frac{0,000742 + 2 \cdot 0,000585}{\frac{0,000742}{1,1 \cdot 3} + 0,000585} \cdot \frac{0,000742^2}{3 \cdot 1,1^2} + 0,000585^2 = 0,0014$$

В диапазоне измерений массовой доли меди 0,0050% ÷ 0,015% точность измерений составляет 0,0014%.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.2 Пример 2.

Определение характеристик точностности МВИ объёмного определения массовой доли меди в диапазоне от 0,18 включительно до 0,60 % с использованием СО с содержанием 0,337 % меди, установленного с погрешностью 0,005 %.

Результаты измерений приведены в таблице В.4.

Таблица В.4 – Результаты определения массовой доли меди в СО, содержащем 0,337 % меди.

№ измерения	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения, $\bar{X}_j$	СКО результата измерения S_j
	X_1	X_2	X_3		
1	0,326	0,330	0,328	0,3280	0,00200
2	0,340	0,338	0,342	0,3400	0,00200
3	0,356	0,354	0,358	0,3550	0,00200
4	0,345	0,345	0,345	0,3450	0
5	0,351	0,345	0,352	0,3493	0,00379
6	0,323	0,320	0,326	0,3230	0,00300
7	0,337	0,340	0,343	0,3400	0,00300
8	0,338	0,338	0,338	0,3380	0
9	0,320	0,326	0,326	0,3240	0,00346
10	0,322	0,322	0,326	0,3233	0,00231
11	0,342	0,346	0,344	0,3440	0,00200
12	0,340	0,346	0,346	0,3440	0,00346
13	0,325	0,330	0,327	0,3273	0,00252
14	0,350	0,346	0,342	0,3460	0,00400
15	0,330	0,340	0,335	0,3350	0,00500
16	0,320	0,320	0,322	0,3207	0,00115
17	0,330	0,330	0,330	0,3300	0
18	0,346	0,340	0,346	0,3440	0,00346
19	0,350	0,340	0,346	0,3453	0,00503
20	0,356	0,350	0,350	0,3520	0,00346
21	0,320	0,330	0,327	0,3257	0,00513
22	0,331	0,331	0,331	0,3310	0
23	0,338	0,338	0,338	0,3380	0
24	0,340	0,345	0,337	0,3407	0,00404
25	0,334	0,340	0,337	0,3370	0,00300
26	0,340	0,345	0,337	0,3407	0,00404
27	0,330	0,340	0,335	0,3350	0,00500
28	0,342	0,346	0,344	0,3440	0,00200
29	0,337	0,340	0,343	0,3400	0,00300
30	0,340	0,338	0,342	0,3400	0,00200

Проверки на наличие «грубых промахов», нормальность распределения по критерию I и II, а также на однородность дисперсий для расчёта сходимости аналогичны, приведённым выше, поэтому здесь и дальше не приводятся.

B.1.2.1 Результаты измерений не содержат «грубых промахов». Результаты измерений распределены нормально по критерию I и II.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.2.3 Расчёт показателя сходимости.

Дисперсии результатов измерений однородны.

По формуле (6.13) рассчитывают выборочное СКО:

$$S_{СХ} = 0{,}0031$$

По формуле (6.14) определяют генеральное значение СКО параллельных наблюдений:

$$\sigma_{СХ} = 0{,}0031 \cdot \sqrt{\frac{30(3-1)}{40{,}5}} = 0{,}0038$$

где: 40,5 – значение $\chi^2_{1-\alpha/2}$ найденное по таблице А.5 для числа степеней свободы 60.

Рассчитывают допустимое расхождение (сходимость) между результатами параллельных наблюдений по формуле (6.15):

$$d_{сх} = 3{,}31 \cdot 0{,}0038 = 0{,}012$$

B.1.2.4 Расчёт случайной составляющей погрешности и показателя воспроизводимости.

По формулам (6.16) и (6.17) находят среднеарифметическое значение результатов измерений и их СКО:

$$\bar{\bar{X}} = 0{,}3376,$$

$$S_B = 0{,}00913$$

Определяют значение генерального СКО результатов измерений – случайную составляющую погрешности:

$$\sigma_в = \left(\overset{\circ}{\Delta}\right) = 0{,}00913 \quad \begin{matrix} 30-1 \\ 16 \end{matrix} = 0{,}0123$$

Определяют допустимое расхождение (воспроизводимость) между результатами измерений:

$$d_в = 2{,}77 \cdot 0{,}0123 = 0{,}034$$

B.1.2.5 Расчёт постоянной составляющей систематической погрешности.

Находят среднюю величину погрешности по формуле (6.21):

$$\Theta_0 = 0{,}0006$$

Определяют расчётное значение критерии Стьюдента по формуле (6.22):

$$t_{расч} = \frac{0{,}0006}{\sqrt{\frac{8{,}34 \cdot 10^{-5}}{30} + \frac{2{,}5 \cdot 10^{-5}}{3}}} = \frac{0{,}0006}{3{,}3 \cdot 10^{-2}} = 0{,}18$$

По таблице А.7 находят табличное значение критерия Стьюдента, $t_{табл} = 2{,}04$. Так как $t_{табл} = 2{,}04 > t_р = 0{,}18$, то постоянная составляющая систематической погрешности не значима на фоне случайной погрешности.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.2.6 Расчёт варьируемой составляющей систематической погрешности.

Значимого влияния факторов пробы априори не выявлено.

Оценивают отношение погрешности аттестованного значения СО и СКО результатов измерений:

$$E = \frac{0{,}005 \cdot 30}{0{,}00913} = 3{,}0$$

Так как 0,8 < E < 8, то расчёт варьируемой составляющей производят по формуле (6.26):

$$\Theta_B = \frac{0{,}005 + \frac{2 \cdot 0{,}00913}{\sqrt{30}}}{\frac{0{,}005}{\sqrt{3}} + \frac{0{,}00913}{\sqrt{30}}} \cdot \sqrt{\frac{0{,}005^2}{3} + \frac{0{,}00913^2}{30}} = 0{,}0061$$

B.1.2.7 Расчёт систематической составляющей погрешности.

Расчёт систематической составляющей погрешности ведут по формуле (6.35):

$$\Delta_C = 0{,}0006 + 0{,}0061 = 0{,}0067$$

B.1.2.8 Расчёт погрешности измерений (показателя точности измерений).

Оценивают величину отношения систематической и случайной составляющих погрешности:

$$\frac{\Delta c}{\sigma(\Delta)} = \frac{0{,}0067}{0{,}0123} = 0{,}54$$

Поскольку $\Delta_C < 0{,}8\ \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$, то погрешность МВИ определяется по формуле (6.40):

$$\Delta = 2 \cdot 0{,}0123 = 0{,}025$$

В диапазоне измерений массовой доли меди от 0,18% до 0,6% объёмным методом точность измерения составляет 0,025%.

B.1.3 Пример 3.

Определение характеристик погрешности МВИ объёмного определения массовой доли меди в диапазоне от 1,20 % включительно до 3,00 % с использованием СО с аттестованным значением содержания меди 1,55 % с погрешностью 0,03 %.

Результаты измерений приведены в таблице B.5.

Таблица B.5 Результаты параллельных наблюдений массовой доли меди в СО, содержащем 1,55 % меди.

№ измерения	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения	СКО результатов параллельных измерений
	X_1	X_2	X_3	$\bar{X}_j$	S_i
1	1,50	1,53	1,56	1,530	0,0300
2	1,60	1,65	1,60	1,617	0,0289
3	1,57	1,60	1,63	1,600	0,0300
4	1,47	1,49	1,48	1,480	0,0100
5	1,50	1,56	1,53	1,530	0,0300

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Окончание таблицы В.5

6	1,51	1,54	1,57	1,540	0,0300
7	1,57	1,60	1,55	1,573	0,0252
8	1,60	1,62	1,61	1,610	0,0100
9	1,58	1,52	1,52	1,540	0,0346
10	1,60	1,50	1,55	1,550	0,0500
11	1,48	1,47	1,52	1,490	0,0265
12	1,50	1,60	1,62	1,573	0,0543
13	1,48	1,53	1,55	1,520	0,0361
14	1,57	1,60	1,65	1,507	0,0404
15	1,58	1,60	1,62	1,600	0,0200
16	1,45	1,47	1,49	1,470	0,0200
17	1,45	1,47	1,50	1,473	0,0252
18	1,52	1,52	1,59	1, 543	0,0404
19	1,65	1,60	1,60	1,617	0,0289
20	1,45	1,50	1,47	1,473	0,0252
21	1,62	1,60	1,57	1,597	0,0252
22	1,51	1,50	1,47	1,493	0,0308
23	1,45	1,50	1,47	1,473	0,0252
24	1,62	1,60	1,57	1,597	0,0252
25	1,47	1,46	1,45	1,460	0,0100
26	1,50	1,56	1,53	1,530	0,0300
27	1,52	1,52	1,59	1,543	0,0404
28	1,48	1,53	1,55	1,520	0,0361
29	1, 50	1,53	1,56	1,530	0,0300
30	1,58	1,52	1,52	1,540	0,0346

Проверки на наличие «грубых промахов», нормальность распределения по критерию I и II, а также на однородность дисперсий для расчёта сходимости аналогичны, приведённым выше, поэтому здесь и дальше не приводятся.

В.1.3.1 Результаты измерений не содержат «грубых промахов». Результаты измерений распределены нормально по критерию I и II.

В.1.3.2 Расчёт показателя сходимости.

Дисперсии результатов измерений однородны.

По формуле (6.13) рассчитывают выборочное СКО:

$$S_{CX} = 0,0314$$

По формуле (6.14) определяют генеральное значение СКО параллельных наблюдений:

$$\sigma_{CX} = 0,0314 \cdot \sqrt{\frac{30(3-1)}{40,5}} = 0,0382,$$

где: 40,5 – значение $\chi^2_{1-\alpha/2}$ найденное по таблице А.5 для числа степеней свободы 60.

Рассчитывают допустимое расхождение (сходимость) между результатами параллельных наблюдений по формуле (6.15):

$$d_{CX} = 3,31 \cdot 0,0382 = 0,1264 = 0,13$$

D'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.3.3 Расчёт случайной составляющей погрешности и показателя воспроизводимости.

По формулам (6.16) и (6.17) находят среднеарифметическое значение результатов измерений и их СКО:

$$\bar{\bar{x}} = 1{,}541,$$

$$S_B = 0{,}0497$$

Определяют значение генерального СКО результатов измерений – случайную составляющую погрешности.

$$\sigma_в = \left(\overset{\circ}{\Delta}\right) = 0{,}0497 \frac{30-1}{16} = 0{,}0669 = 0{,}067$$

Определяют допустимое расхождение (воспроизводимость) между результатами измерений:

$$d_в = 2{,}77 \cdot 0{,}067 = 0{,}185 = 0{,}19$$

B.1.3.4 Расчёт постоянной составляющей систематической погрешности.

Находят среднюю величину погрешности по формуле (6.21):

$$\Theta_0 = -\,0{,}009$$

Определяют расчётное значение критерии Стьюдента по формуле (6.22):

$$t_p = \frac{0{,}009}{\frac{0{,}0497^2}{30} + \frac{0{,}03^2}{3}} = \frac{0{,}009}{0{,}0196} = 0{,}46$$

По таблице А.7 находят табличное значение критерия Стьюдента, $t_{табл} = 2{,}04$. Так как $t_{табл} = 2{,}04 > t_p = 0{,}46$, то постоянная составляющая систематической погрешности не значима на фоне случайной погрешности.

B.1.3.5 Расчёт варьируемой составляющей систематической погрешности.

Значимого влияния факторов пробы априори не выявлено.

Оценивают отношение погрешности аттестованного значения СО и СКО результатов измерений:

$$E = \frac{0{,}03 \cdot 30}{0{,}0497} = 3{,}31$$

Так как $0{,}8 < E < 8$, то расчёт варьируемой составляющей производят по формуле (6.26):

$$\Theta_в = \frac{0{,}03 + \frac{2 \cdot 0{,}0497}{\sqrt{30}}}{\frac{0{,}03}{\sqrt{3}} + \frac{0{,}0497}{\sqrt{30}}} \cdot \sqrt{\frac{0{,}03^2}{3} + \frac{0{,}0497^2}{30}} = 0{,}036$$

D'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.3.6 Расчёт систематичской составляющей погрешности.

Расчёт систематической составляющей погрешности ведут по формуле (6.35):

$$\Delta_C = 0{,}009 + 0{,}036 = 0{,}045$$

B.1.3.7 Расчёт погрешности измерений (показателя точности измерений).

Оценивают величину отношения систематической и случайной составляющих погрешности:

$$\frac{\Delta c}{\sigma(\Delta)} = \frac{0{,}045}{0{,}067} = 0{,}67$$

Поскольку $\Delta_C < 0{,}8\cdot$, то погрешность МВИ определяется по формуле (6.40):

$$\Delta = 2 \cdot 0{,}067 = 0{,}134 = 0{,}13$$

В диапазоне измерений массовой доли меди от 1,20 % до 3,0 % объёмным методом точность измерения составляет 0,13 %.

B.1.4. Расчёт зависимости случайной составляющей погрешности от измеряемой массовой доли меди.

B.1.4.1 Из рассчитанных выше дисперсий:

$$S_{61}^2 = (0{,}00043)^2 = 1{,}849 \cdot 10^{-7}$$

$$S_{62}^2 = (0{,}00913)^2 = 8{,}34 \cdot 10^{-5}$$

$$S_{63}^2 = (0{,}0497)^2 = 2{,}47 \cdot 10^{-3}$$

выбирают максимальную и минимальную дисперсию и определяют их отношение:

$$F = \frac{2{,}47 \cdot 10^{-3}}{1{,}849 \cdot 10^{-7}} = 1{,}34 \cdot 10^{4}$$

B.1.4.2 По таблице А.9 определяют табличное значение критерия Фишера для числа степеней свободы для максимальной дисперсии $f_1 = 30$, для минимальной $f_2 = 28$. $F_{табл} = 1{,}66$. Табличное значение намного меньше расчётного, следовательно, имеется зависимость случайной погрешности от измеряемой массовой доли меди.

B.1.4.3 Предположим, что имеет место наиболее простая – линейная зависимость:

$$\sigma_b (x) = a + bx$$

B.1.4.4 Методом наименьших квадратов оценим значения параметров a и b уравнения связи по формулам (6.47) и (6.48):

$\bar{\bar{x}}_1$=0,0057, σ_{b1} = 0,000585,

$\bar{\bar{x}}_2$=0,3376, σ_{b2} = 0,0123,

$\bar{\bar{x}}_3$=1,541, σ_{b3} = 0,067,

R=3

$$b = \frac{3 \cdot 0{,}1428 - 1{,}8843 \cdot 0{,}1029}{3 \cdot 2{,}489 - 3{,}55^2} = 0{,}06$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$a = \frac{2{,}489 \cdot 0{,}1029 - 0{,}1428 \cdot 1{,}8843}{3 \cdot 2{,}489 - 3{,}551} = -0{,}0033$$

B.1.4.5 Оценивают коэффициент корреляции по формуле (6.49):

$$k = \frac{3 \cdot 0{,}1428 - 1{,}8843 \cdot 0{,}1029}{3 \cdot 2{,}489 - 3{,}551 \cdot \quad 3 \cdot 0{,}00825 - 0{,}01058} = 0{,}9955$$

По таблице А.10 находят табличное значение коэффициента корреляции для числа степеней свободы 2:

$$k_{табл} = 0{,}95$$

Так как $k = 0{,}9955 > k_{табл} = 0{,}95$, то экспериментальные данные не противоречат выбранному виду зависимости, т.е:

$$\sigma_b(x) = -0{,}0033 + 0{,}06 \cdot x,$$

где x – массовая доля меди.

Поскольку свободный член полученного уравнения имеет отрицательный знак, проверим при каком значении x $\sigma_b(x)$ превращается в ноль, т.е. в какой точке измеряемых массовых долей меди пересекает ось абсцисс:

$$o = -0{,}0033 + 0{,}06 \cdot x,$$

$$x = \frac{0{,}0033}{0{,}06} = 0{,}055$$

Точка 0,055 % лежит внутри диапазона измеряемых массовых долей, т.е. при всех значениях массовой доли меди от 0,005% до 0,055% значение погрешности, рассчитанное по полученному уравнению, будет иметь отрицательный знак, что противоречит здравому смыслу.

Таким образом, несмотря на корректность с точки зрения математики процедуры получения зависимости погрешности от изменения массовой доли меди методом наименьших квадратов, пользоваться этой зависимостью нельзя и следует рассчитать значения погрешностей МВИ во всех поддиапазонах аналогично сделанным в примерах В.1.1, В.1.2 и В.1.3.

B.1.5 Расчёт зависимости систематической составляющей погрешности от изменения массовой доли меди.

B.1.5.1 Предположим наличие линейной зависимости:

$$\Delta c\,(x) = a + bx$$

B.1.5.2 Методом наименьших квадратов по формулам (6.47) и (6.48) определяют коэффициенты a и b подставляя вместо $\sigma_{вч}$, $\Delta_{сч}$:

$\bar{\bar{x}}_1$=0,0057, σ_{b1} = 0,000742,
$\bar{\bar{x}}_2$=0,3376, σ_{b2} = 0,0067,
$\bar{\bar{x}}_3$=1,541, σ_{b3} = 0,045,
R=3

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$b = \frac{3 \cdot 0{,}0716 - 1{,}8843 \cdot 0{,}00524}{3 \cdot 2{,}489 - 3{,}551} = 0{,}03$$

$$a = \frac{2{,}489 \cdot 0{,}0524 - 0{,}0716 \cdot 1{,}8843}{3 \cdot 2{,}489 - 3{,}551} = -0{,}0011$$

Получена связь

$$\Delta_c(x) = -0{,}0011 + 0{,}03 \cdot x.$$

В.1.5.3 Рассчитывают по этой связи значения погрешности для $\overline{\overline{x}}_ч$, ч=1,3:

$$\Delta c(x)_1 = \Delta c(0{,}0057) = -0{,}00093$$
$$\Delta c(x)_2 = \Delta c(0{,}3376) = 0{,}0090$$
$$\Delta c(x)_3 = \Delta c(1{,}541) = 0{,}045$$

В.1.5.4 По формулам (6.51) и (6.52) рассчитывают дисперсии:

$$S_i^2 = \frac{(0{,}000742 - 0{,}00093)^2 + (0{,}0067 - 0{,}009)^2 + (0{,}045 - 0{,}045)^2}{2} = 0{,}0000039$$

$$S_o^2 = \frac{27 \cdot 1{,}849 \cdot 10^{-7} + 29 \cdot 1{,}5129 \cdot 10^{-4} + 29 \cdot 2{,}47 \cdot 10^{-7}}{(28-1)+(30-1)+(30-1)} = \frac{4{,}9923 \cdot 10^{-6} + 4{,}387 \cdot 10^{-3} + 7{,}163 \cdot 10^{-2}}{85} =$$

$$= 0{,}000962$$

Определяют значение

$$F = \frac{S_i^2}{S_o^2} = 0{,}00405$$

По таблице А.9 определяют табличное значение критерия Фишера для числа степеней свободы $f_1 = f_i = 28$ и $f_2 = f_o = 85$. $F_{табл} \approx 1{,}35$.

Так как $F_{расч.}$ Значительно меньше $F_{табл.}$, то экспериментальные данные не противоречат выбранной модели.

Свободный член зависимости, как и в предыдущем примере, получился с отрицательным знаком и все значения погрешности для массовых долей меди от 0,005 % до 0,036 % имеют отрицательный знак. Следовательно, такой зависимостью пользоваться нельзя и следует провести расчёты погрешностей во всех остальных точках диапазона.

Для трёх оставшихся диапазонов расчёты проводим аналогично приведённым выше в примерах В.1.1, В.1.2 и В.1.3. Далее приводятся лишь результаты измерения и полученные результаты расчёта.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

B.1.6 Пример 4.

Определение характеристик погрешности МВИ объёмного определения массовой доли меди в диапазоне от 0,015 % включительно до 0,060 % с использованием СО с аттестованным значением содержания меди 0,053 % с погрешностью 0,003 %.

Результаты измерений приведены в таблице В.6.

Таблица В.6 – Результаты параллельных наблюдений массовой доли меди в СО, содержащем 0,053 % меди.

Номера измерений	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения X_i	СКО результатов измерений S_i
	X_1	X_2	X_3		
1	0,060	0,062	0,057	0,05967	0,002520
2	0,055	0,057	0,055	0,05567	0,001150
3	0,050	0,052	0,052	0,05133	0,001150
4	0,045	0,047	0,050	0,04733	0,002520
5	0,053	0,053	0,050	0,05200	0,001730
6	0,055	0,050	0,057	0,05400	0,003610
7	0,060	0,058	0,057	0,05833	0,001530
8	0,060	0,060	0,058	0,05933	0,001150
9	0,048	0,049	0,048	0,04833	0,000577
10	0,050	0,048	0,050	0,04933	0,001150
11	0,046	0,050	0,050	0,04867	0,002310
12	0,060	0,062	0,060	0,06067	0,001150
13	0,049	0,049	0,048	0,04867	0,000577
14	0,054	0,055	0,053	0,05400	0,001000
15	0,050	0,050	0,050	0,05000	0
16	0,054	0,056	0,056	0,05533	0,001150
17	0,049	0,050	0,051	0,05000	0,001000
18	0,057	0,057	0,059	0,05767	0,001150
19	0,052	0,056	0,057	0,05500	0,002650
20	0,051	0,053	0,052	0,05200	0,001000
21	0,048	0,050	0,052	0,05000	0,002000
22	0,055	0,057	0,057	0,05633	0,001150
23	0,057	0,055	0,060	0,05733	0,002520
24	0,058	0,058	0,056	0,05733	0,001150
25	0,052	0,050	0,051	0,05100	0,001000
26	0,055	0,057	0,055	0,05567	0,001150
27	0,053	0,053	0,050	0,05200	0,001730
28	0,055	0,054	0,057	0,05533	0,001530
29	0,054	0,055	0,053	0,05400	0,001000
30	0,052	0,056	0,057	0,05500	0,002550

Результаты измерений не имеют «грубых промахов».

Результаты измерений распределены нормально по критерию I и II.

Дисперсии результатов измерений однородны.

$S_{ex} = 0,00168$,

$\sigma_{ex} = 0,00204$,

D'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$d_3 = d_{cx} = 0{,}007,$$

$$\bar{\bar{X}} = 0{,}0537,$$

$$S_b = 0{,}00374,$$

$$\sigma_b = \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right) = 0{,}005,$$

$$d_b = 0{,}014,$$

$$\Theta_0 = 0{,}0007,$$

$$\Delta_o = 0{,}003,$$

$$t_p = 0{,}38,$$

$$t_{табл} = 2{,}04,$$

$$t_p < t_{табл}.$$

Постоянная составляющая систематической погрешности незначима на фоне случайной.

$$E = 1{,}03,$$

$$0{,}8 < 1{,}03 < 8,$$

$$\Theta_в = 0{,}003,$$

$$\Delta c = 0{,}0037,$$

$$0{,}8 < \frac{\Delta c}{\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)} = 0{,}99,$$

$$\Delta = 0{,}011$$

В.1.7 Пример 5.

Расчёт характеристик погрешности МВИ массовой доли меди объёмным методом в молибденовом продукте в диапазоне от 0,06% до 0,18% с использованием СО с аттестованным содержанием меди 0,104%, установленного с погрешностью 0,004%.

Результаты измерений приведены в таблице Б.7.

Таблица В.7 – Результаты измерений массовой доли меди в СО, содержащем 0,104% меди.

Номера измерений	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения X_j	СКО результатов измерений S_j
	X_1	X_2	X_3		
1	0,100	0,105	0,102	0,1023	0,00252
2	0,110	0,105	0,107	0,1073	0,00252
3	0,100	0,098	0,097	0,0983	0,00153
4	0,107	0,105	0,105	0,1057	0,00115
5	0,100	0,102	0,103	0,1017	0,00153
6	0,095	0,097	0,097	0,0963	0,00115
7	0,100	0,099	0,102	0,1003	0,00153
8	0,107	0,105	0,107	0,1063	0,00115
9	0,102	0,102	0,105	0,1030	0,00173
10	0,109	0,111	0,108	0,1093	0,00153
11	0,110	0,110	0,107	0,1090	0,00173
12	0,103	0,105	0,102	0,1033	0,00153
13	0,101	0,098	0,098	0,0990	0,00173

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Окончание таблицы В.7

14	0,101	0,101	0,101	0,1010	0
15	0,095	0,095	0,098	0,0960	0,00173
16	0,097	0,097	0,100	0,0980	0,00173
17	0,100	0,099	0,105	0,1013	0,00321
18	0,098	0,095	0,095	0,0960	0,00173
19	0,098	0,100	0,102	0,1000	0,00200
20	0,105	0,103	0,104	0,1040	0,00100
21	0,102	0,102	0,105	0,1030	0,00173
22	0,110	0,111	0,110	0,1103	0,00058
23	0,099	0,090	0,095	0,0947	0,00451
24	0,100	0,105	0,107	0,1040	0,00361
25	0,105	0,106	0,108	0,1063	0,00153
26	0,107	0,105	0,105	0,1057	0,00115
27	0,100	0,105	0,102	0,1023	0,00252
28	0,103	0,105	0,102	0,1023	0,00153
29	0,105	0,103	0,104	0,1040	0,00100
30	0,105	0,106	0,108	0,1063	0,00153

Результаты измерений не имеют «грубых промахов».
Результаты измерений распределены нормально по критерию I и II.
Дисперсии результатов измерений однородны.

$$S_{сх} = 0{,}00195,$$

$$\sigma_{сх} = 0{,}00237,$$

$$d_3 = d_{сх} = 0{,}008,$$

$$\bar{\bar{X}} = 0{,}1026,$$

$$S_в = 0{,}00413,$$

$$\sigma_b = \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right) = 0{,}0056,$$

$$d_в = 0{,}015,$$

$$\Theta_0 = -\,0{,}0014,$$

$$\Delta_o = 0{,}004,$$

$$t_р = 0{,}56,$$

$$t_{табл} = 2{,}04,$$

$$t_р = 0{,}56 < t_{табл.} = 2{,}04$$

Постоянная составляющая систематической погрешности незначима на фоне случайной.

$$E = 5{,}3,$$

$$0{,}8 < E = 5{,}3 < 8,$$

$$\Theta_в = 0{,}0044,$$

$$\Delta_C = 0{,}006,$$

$$\Delta = 0{,}013$$

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

В.1.8 Пример 6.

Расчёт характеристик погрешности МВИ массовой доли меди объёмным методом в молибденовом продукте в диапазоне от 0,60 % включительно до 1,20 % с использованием СО с аттестованным содержанием меди 1,11 %, установленного с погрешностью 0,02 %.

Результаты измерений массовой доли меди в СО, содержащем 1,11% меди приведены в таблице Б.8.

Таблица В.8 – Результаты измерений массовой доли меди в СО, содержащем 1,11% меди.

Номера измерений	Результаты параллельных наблюдений			Результат измерения X_j	СКО результатов измерений S_j
	X_1	X_2	X_3		
1	1,15	1,15	1,12	1,140	0,0173
2	1,15	1,12	1,12	1,130	0,0173
3	1,10	1,10	1,10	1,100	0
4	1,00	1,00	1,02	1,007	0,0115
5	1,06	1,07	1,06	1,063	0,0058
6	1,10	1,12	1,10	1,107	0,0115
7	1,15	1,17	1,17	1,163	0,0115
8	1,15	1,17	1,17	1,163	0,0115
9	1,10	1,12	1,12	1,113	0,0115
10	1,08	1,08	1,08	1,080	0
11	1,07	1,07	1,07	1,070	0
12	1,15	1,17	1,15	1,157	0,0115
13	1,17	1,15	1,17	1,153	0,0115
14	1,06	1,07	1,07	1,067	0,0058
15	1,10	1,07	1,09	1,087	0,0153
16	1,10	1,12	1,12	1,113	0,0115
17	1,13	1,15	1,13	1,137	0,0115
18	1,08	1,08	1,10	1,087	0,0115
19	1,07	1,10	1,10	1,090	0,0173
20	1,17	1,15	1,17	1,163	0,0115
21	1,15	1,16	1,16	1,157	0,0058
22	1,00	1,01	1,01	1,007	0,0058
23	1,00	1,05	1,03	1,027	0,0252
24	1,03	1,05	1,03	1,037	0,0115
25	1,06	1,07	1,06	1,063	0,0058
26	1,15	1,15	1,12	1,140	0,0173
27	1,10	1,12	1,12	1,113	0,0115
28	1,13	1,15	1,13	1,137	0,0115
29	1,10	1,07	1,10	1,090	0,0173
30	1,00	1,05	1,03	1,027	0,0252

Результаты измерений не имеют «грубых промахов».

Результаты измерений распределены нормально по критерию I и II.

Дисперсии результатов измерений однородны.

$S_{cx} = 0.0022$

$\sigma_{cx} = 0.0$

STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

$$d_З = d_{сх} = 0,05,$$
$$\bar{\bar{X}} = 1,1$$
$$S_в = 0,0482$$
$$\sigma_b = \sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right) = 0,065,$$
$$d_в = 0,09,$$
$$\Theta_0 = 0,01,$$
$$\Delta_o = 0,02,$$
$$t_р = 1,37,$$
$$t_{табл} = 2,04,$$
$$t_р = 1,37 < t_{табл.} = 2,04$$

Постоянная составляющая систематической погрешности незначима на фоне случайной.

$$E = 2,27,$$
$$0,8 < E = 2,27 < 8,$$
$$\Theta_в = 0,029,$$
$$\Delta_C = 0,039,$$
$$\frac{\Delta_C}{\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)} = 0,6 < 0,8,$$
$$\Delta = 0,13$$

Таким образом, в результате аттестации МВИ массовой доли меди в молибденовых продуктах объёмным методом установлены характеристики погрешности приведеные в таблице В.9.

Таблица В.9 – Значения установленных характеристик погрешности измерений массовой доли меди в молибденовом продукте.

Массовая доля меди, %	$d_{сх}$	$d_в$	$\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$	Δ_c	Δ
от 0,0050 до 0,015 включ.	0,0013	0,0016	0,000585	0,000742	0,0014
от 0,015 до 0,060 включ.	0,007	0,014	0,005	0,003	0,011
от 0,060 до 0,18 включ.	0,008	0,015	0,0056	0,006	0,013
от 0,18 до 0,60 включ.	0,011	0,034	0,0123	0,0067	0,025
от 0,60 до 1,20 включ.	0,05	0,09	0,065	0,039	0,13
от 1,20 до 3,00 включ.	0,013	0,019	0,067	0,045	0,13

В соответствии с нормами точности, определёнными методическими основами анализа горных пород, руд и минералов погрешность измерения массовой доли меди не должна превышать значения, приведённые в таблице В.10.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Таблица В.10 – Нормы точности МВИ массовой доли меди в рудах и продуктах их переработки.

Диапазон измерений, %	**Норма точности**
0,005 ÷ 0,0099	0,003
0,01 ÷ 0,019	0,006
0,02 ÷ 0,049	0,013
0,05 ÷ 0,099	0,02
0,10 ÷ 0,199	0,03
0,200 ÷ 0,499	0,06
0,50 ÷ 0,99	0,7
1,00 ÷ 1,99	0,13
2,0 ÷ 4,99	0,20

Сравнительный анализ норм точности с метеорологическими характеристиками МВИ, полученными в результате аттестации, показывает, что данная методика может быть допущена к применению во всём диапазоне измеряемых содержаний массовых долей меди.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Библиография

[1] РМГ 60-2003 — Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

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

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Ключевые слова: метрологическая аттестация, методика выполнения измерений, порядок проведения экспериментальных работ, алгоритм расчёта, стандартный образец, аттестованная смесь

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI

Директор ГП «УзНИМ» А.А. Даминов

Зам. директора ГП «УзНИМ» Л.Ф.Саидорипов

Ведущий научный сотрудник,
НИО СО и МВИ,
к.х.н., с.н.с. Л. П. Ким

Специалист 1 категории
НИО СО и МВИ Ф.Р. Гайнулина

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH VA
DAVLAT NAZORATINI
MUVOFIQLASHTIRISH
BOSHQARMASI