



УНИИМ – филиал
ФГУП «ВНИИМ
им. Д.И.Менделеева»

О СТАБИЛЬНОСТИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Докладчик:

П.В. Мигаль,

к.т.н., зам. директора филиала по науке

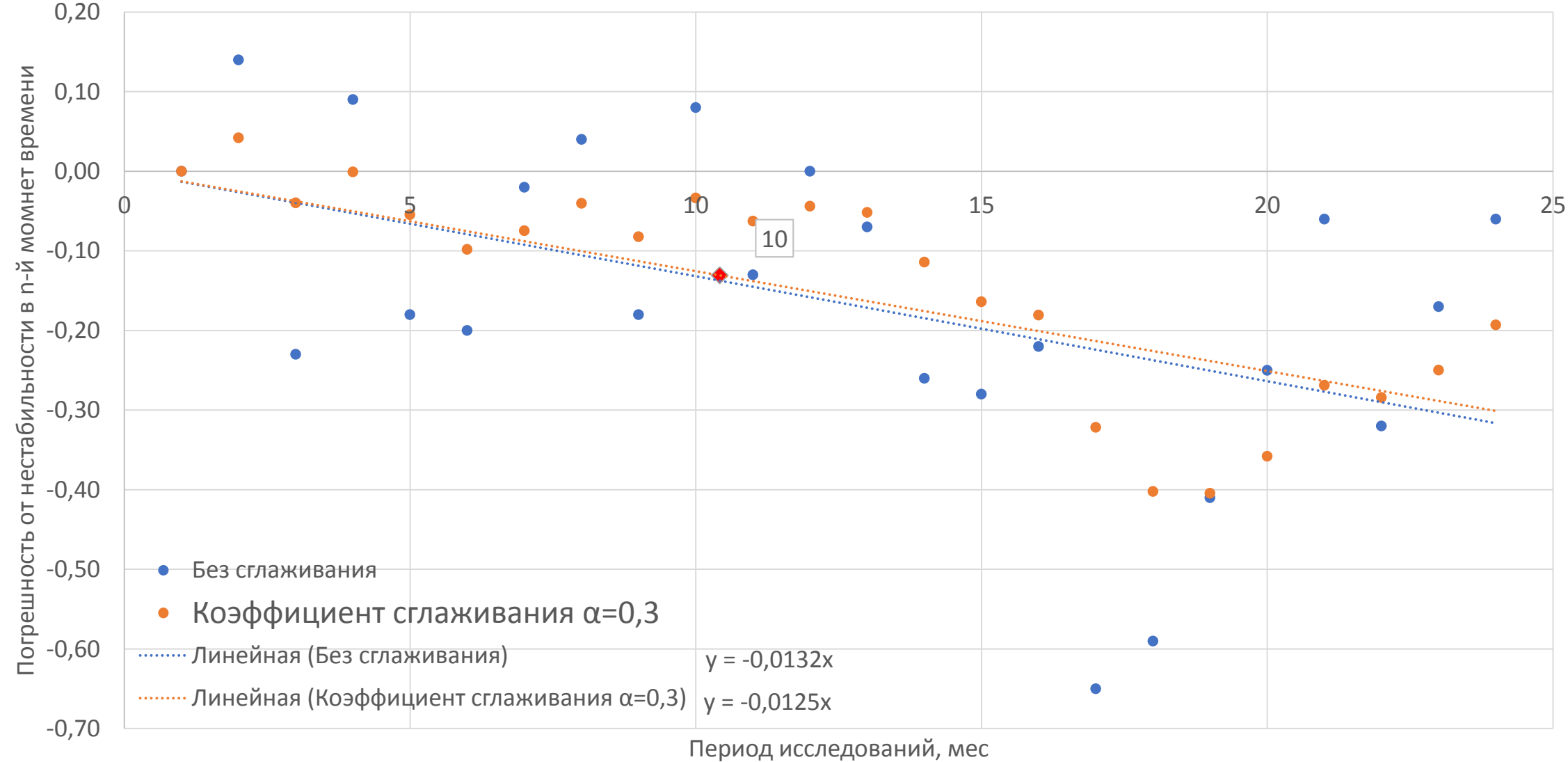
Актуальность

- Необходимость гармонизации подходов описанных в Р 50.2.031 с международной практикой, описанной в ISO GUIDE 35
- Р 50.2.031 не учитывает необходимость оценки стандартного отклонения и стандартной неопределенности от нестабильности аттестуемой характеристики
- В тексте Р 50.2.031 существует ряд технических неточностей
- Алгоритмы, изложенные в Р 50.2.031, предполагают сглаживание полученных оценок погрешности, что не имеет строгого обоснования и приводит к завышенным оценкам назначаемого срока годности СО
- В ISO GUIDE 35 даны общие принципы без конкретизации подходов для оценки характеристик стабильности СО
- В ISO GUIDE 35 нет четких критериев выбора продолжительности исследований СО и необходимого количества результатов измерений для оценки стабильности СО

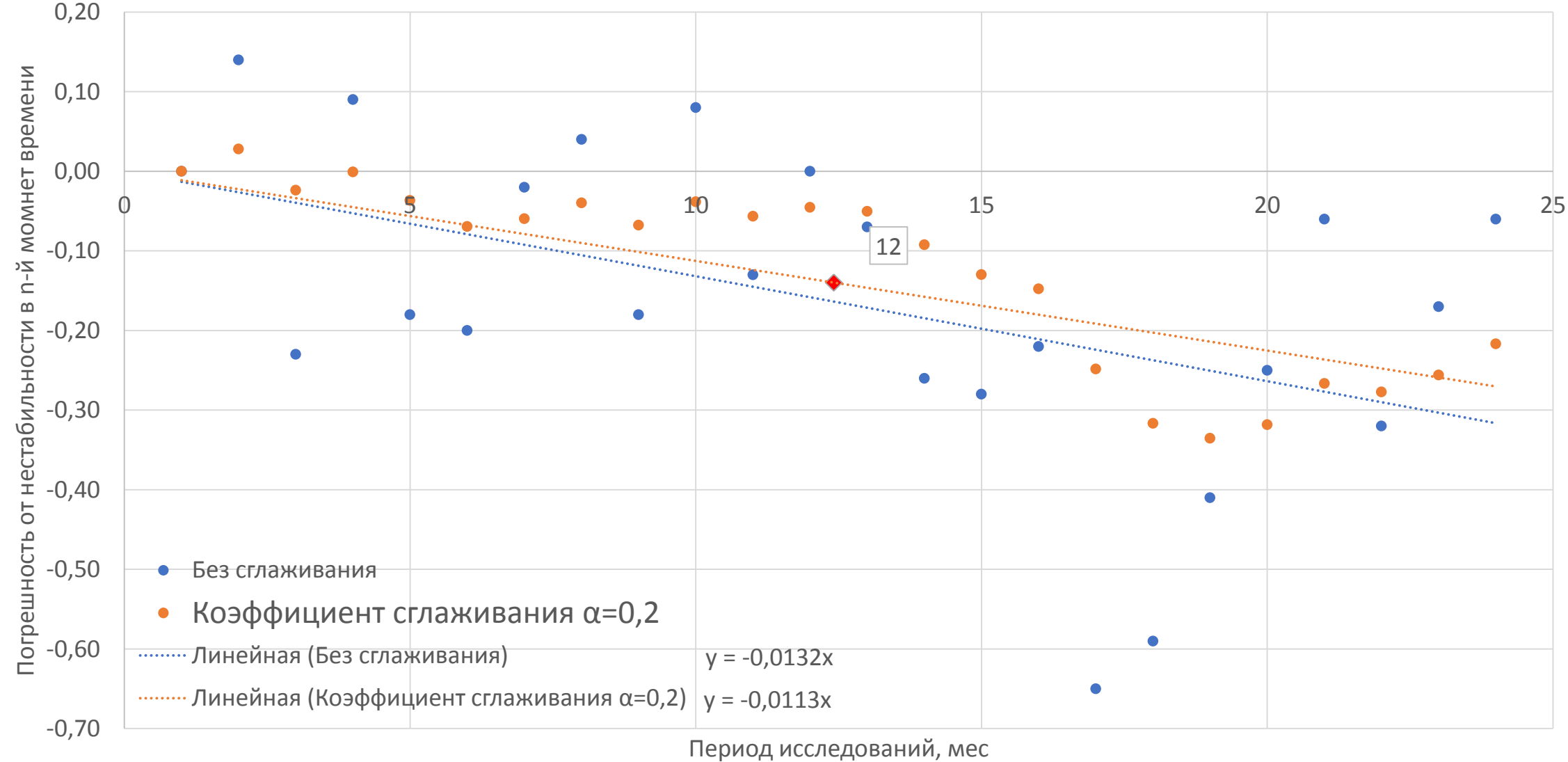
Сравнение

Р 50.2.031-2003	Обновление
$y = a \cdot d + \varepsilon, \quad d_n = X_n - X_0$	$\tilde{X}_n = X(\tau_n) + \varepsilon_n = X_0 + a \cdot \tau_n + \varepsilon_n$
$U_n = \alpha \cdot d_n + (1 - \alpha) \cdot U_{n-1}, \alpha(S/\Delta) \in 0.1 \dots 0.3, S/\Delta \leq 2$	$S/\Delta_T \leq 2, \quad N > t_{p,N-2}^2 \cdot (1 + 3 \frac{N-1}{N+1}) \cdot \left(\frac{S}{\Delta_T}\right)^2$
$\hat{a} = \frac{6 \cdot \sum_{n=1}^{N-1} (n \cdot U_{n+1})}{\tau \cdot (N-1) \cdot (2 \cdot N - 3)}, \quad N(S/\Delta) \in 4 \dots 68$	$\hat{a} = \frac{\sum_{n=0}^{N-1} (\tilde{X}_n - \bar{X})(\tau_n - \bar{\tau})}{\sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2}, \quad N(S/\Delta_T) \in 4 \dots 63$
$S_a = \frac{0.89 \cdot \frac{\sum_{n=2}^N U_n - U_{n-1} }{N-1}}{\tau} \cdot \sqrt{\frac{6 \cdot N}{2 \cdot N - 3}}$	$S(\hat{X}(\tau)) = \sqrt{\frac{1}{N-2} \sum_{n=0}^{N-1} (\tilde{X}_n - \hat{X}(\tau_n))^2} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{(\tau - \bar{\tau})^2}{\sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2}}$
$t_{p,N-1} \cdot S_a \cdot T \leq \Delta_T, \quad \Delta_T = \frac{2}{3} \cdot \Delta$	$\hat{X}(\tau) - t_{p,N-2} \cdot S(\hat{X}(\tau)) \leq X(\tau) \leq \hat{X}(\tau) + t_{p,N-2} \cdot S(\hat{X}(\tau))$
$\left a + \frac{a}{ a } t_{p,N-1} \cdot S_a \right \cdot T \leq \Delta_T$	$\hat{\Delta}_T(\tau) = \hat{a} \cdot \tau + t_{p,N-2} \cdot S(\hat{X}(\tau))$

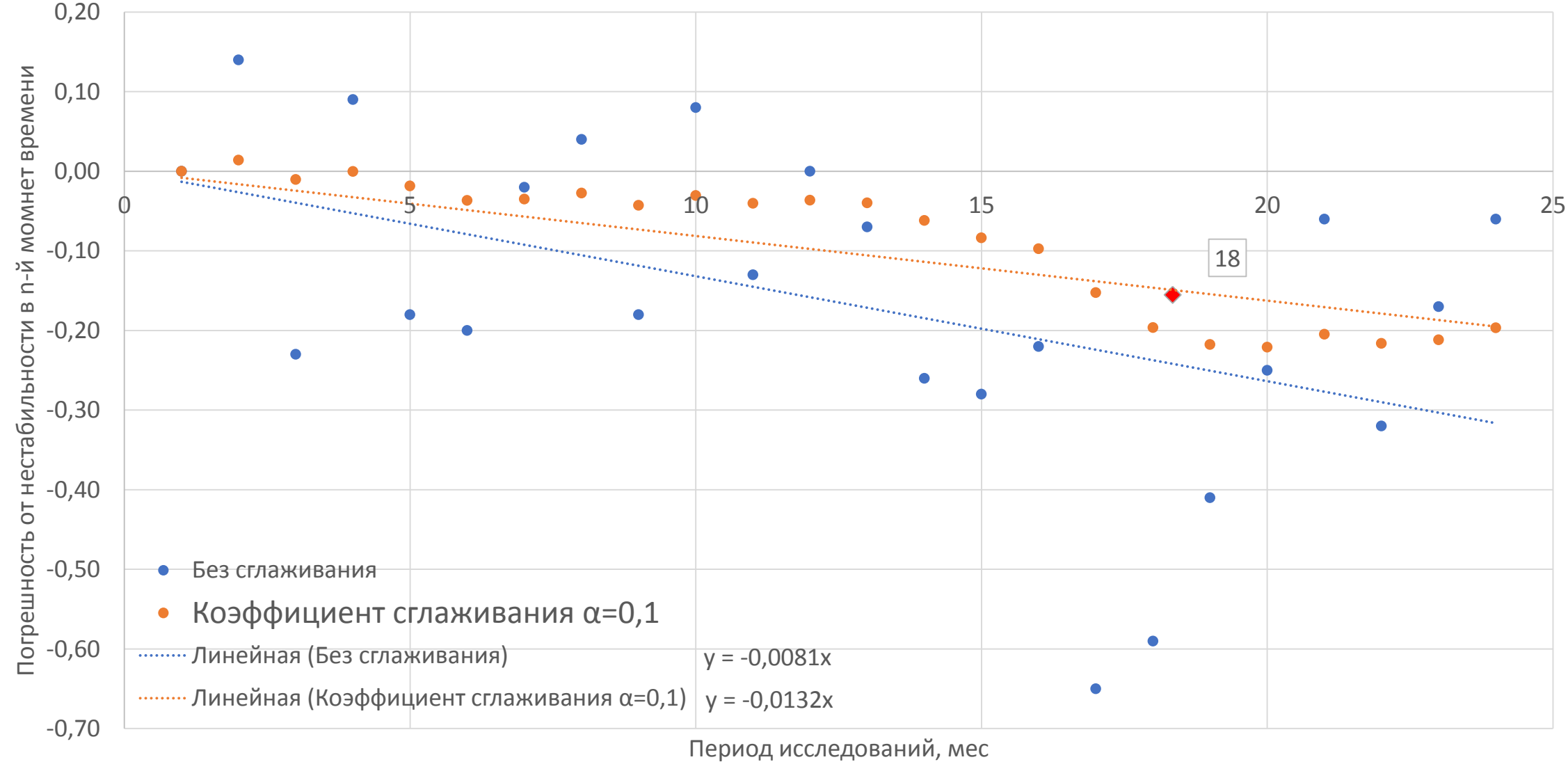
Р 50.2.03 I-2003 графическое представление



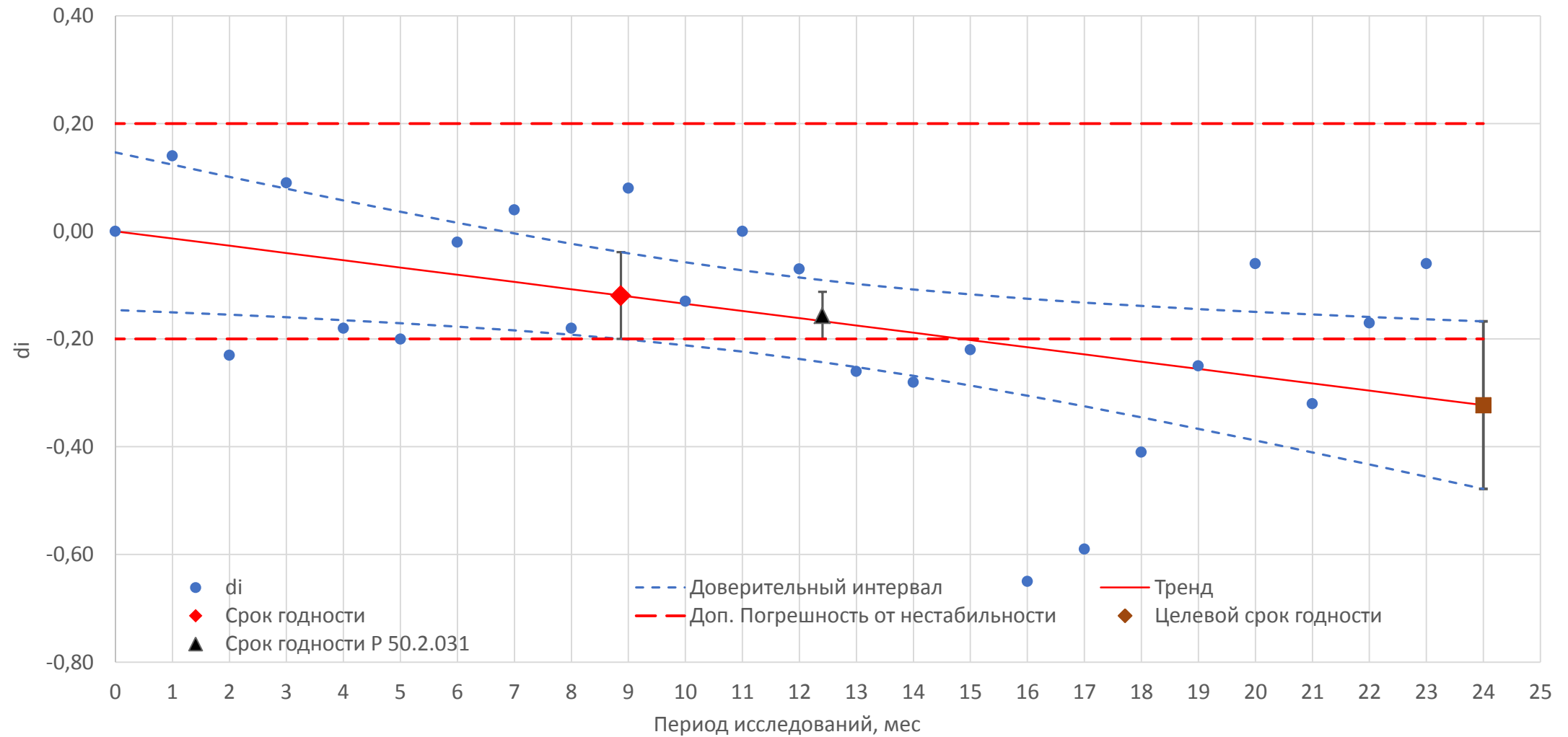
Р 50.2.03 I-2003 графическое представление



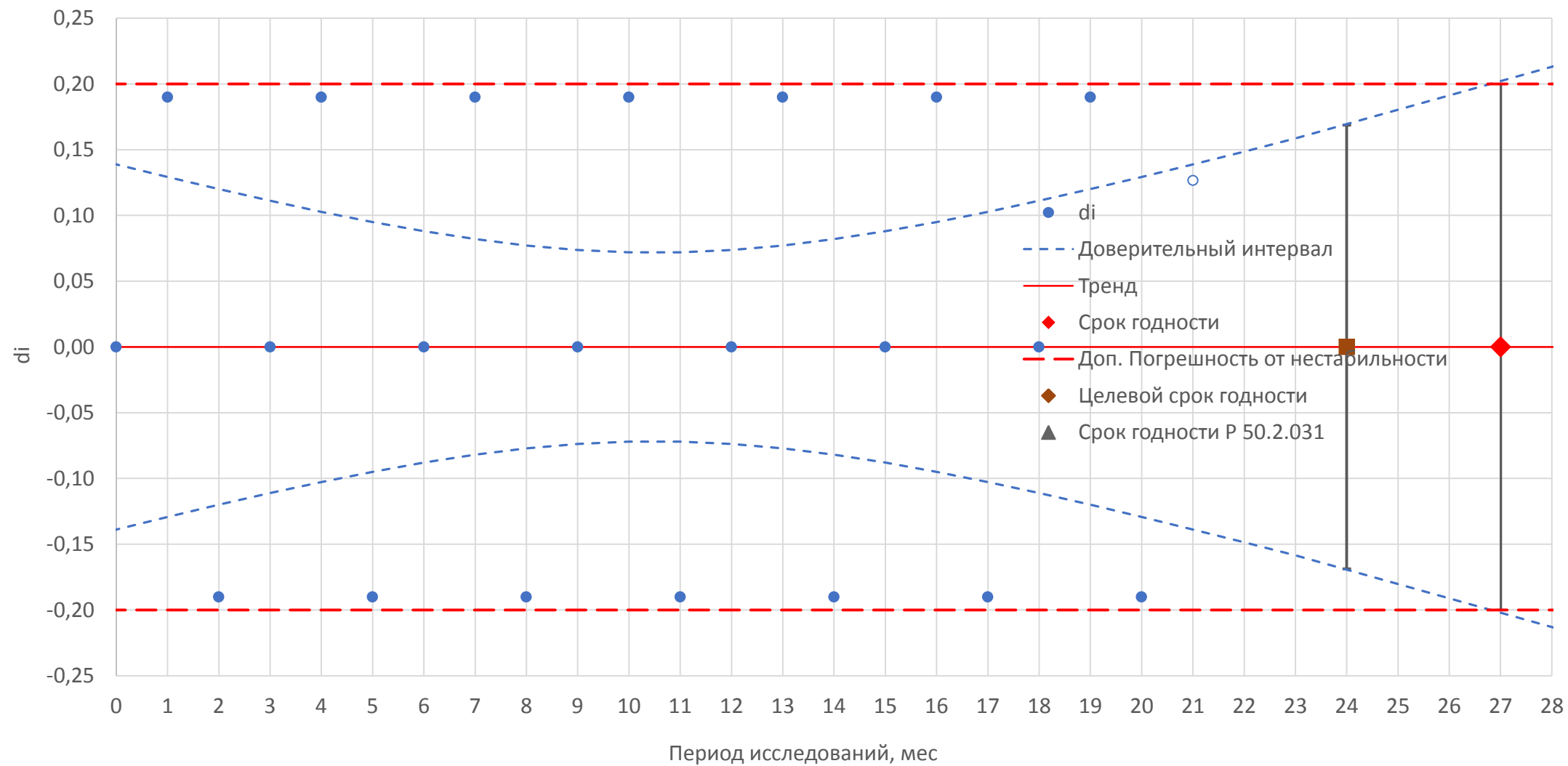
Р 50.2.03 I-2003 графическое представление



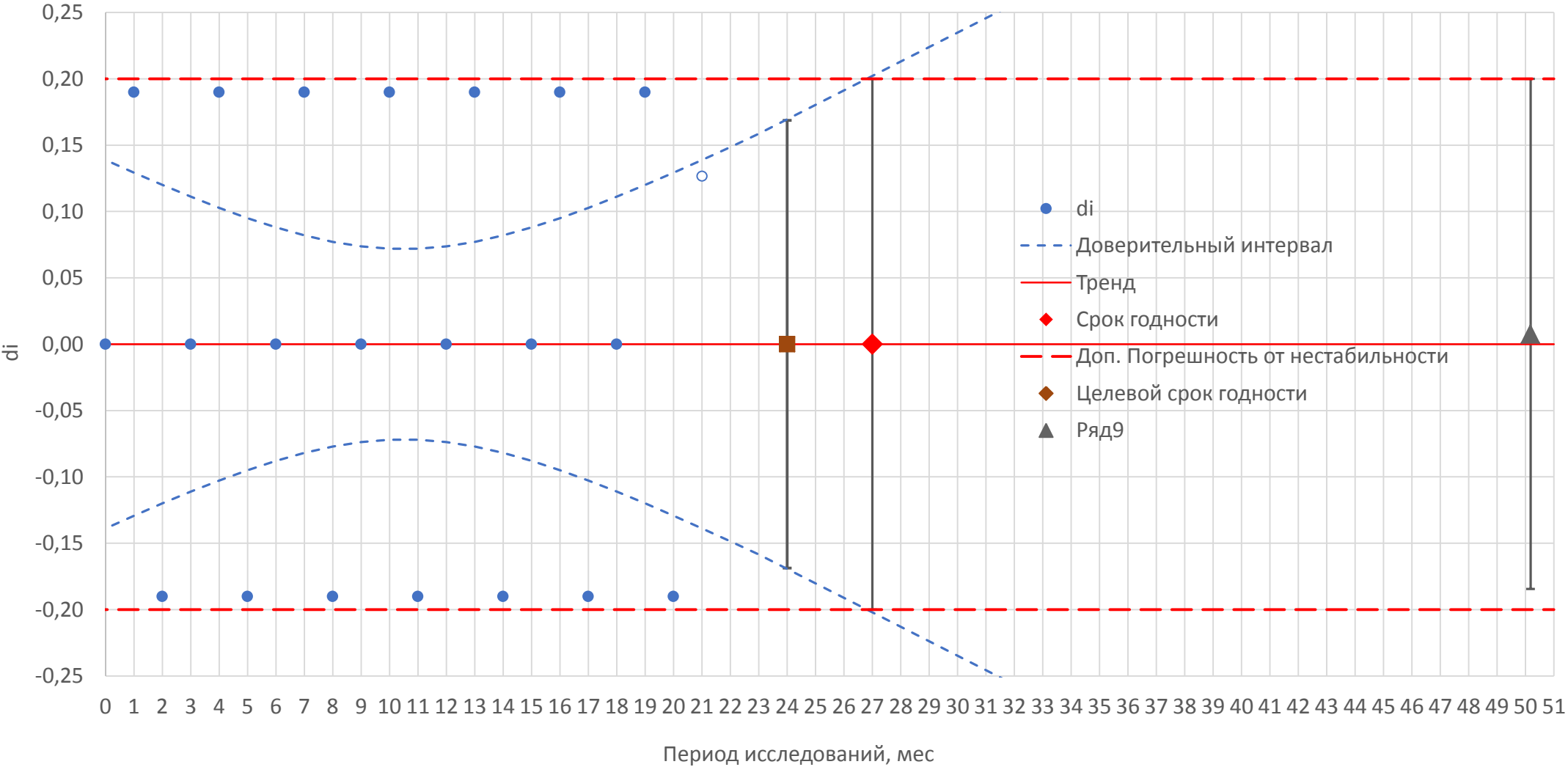
Сравнение



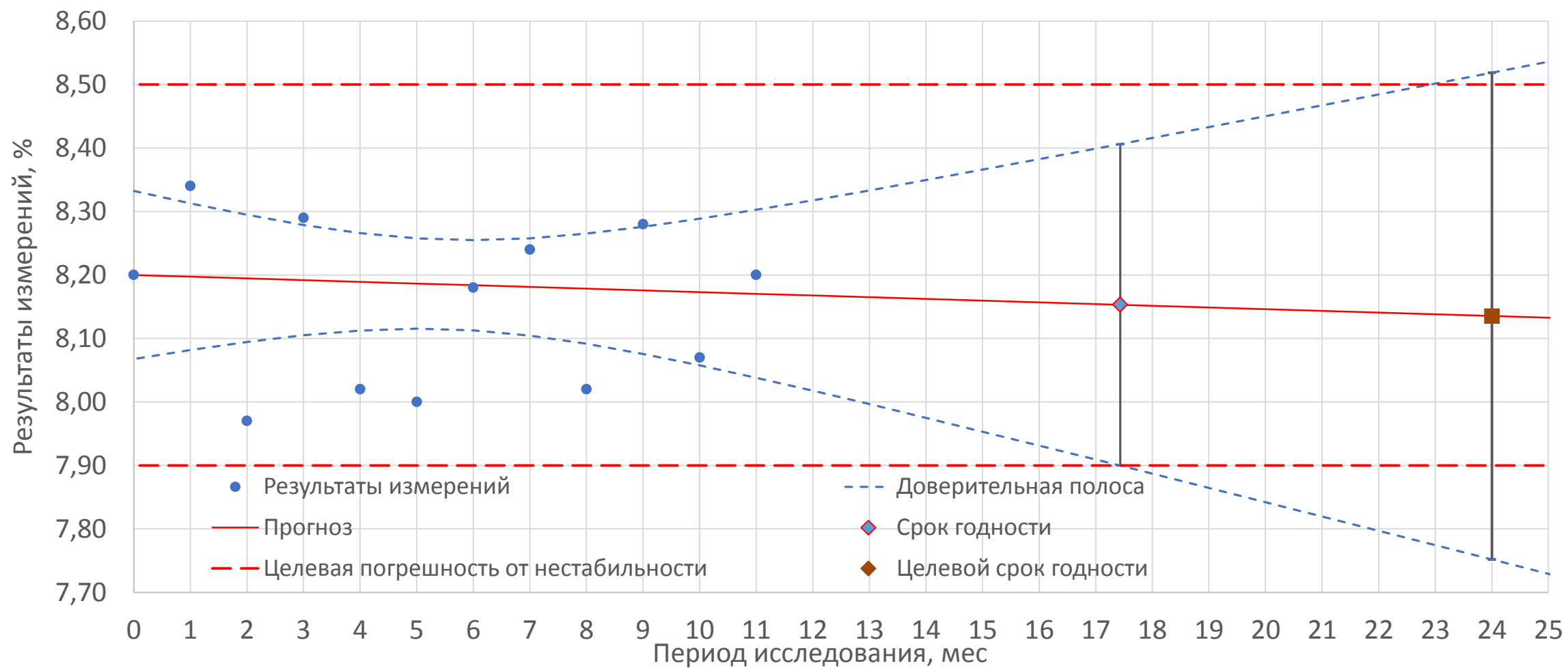
Сравнение



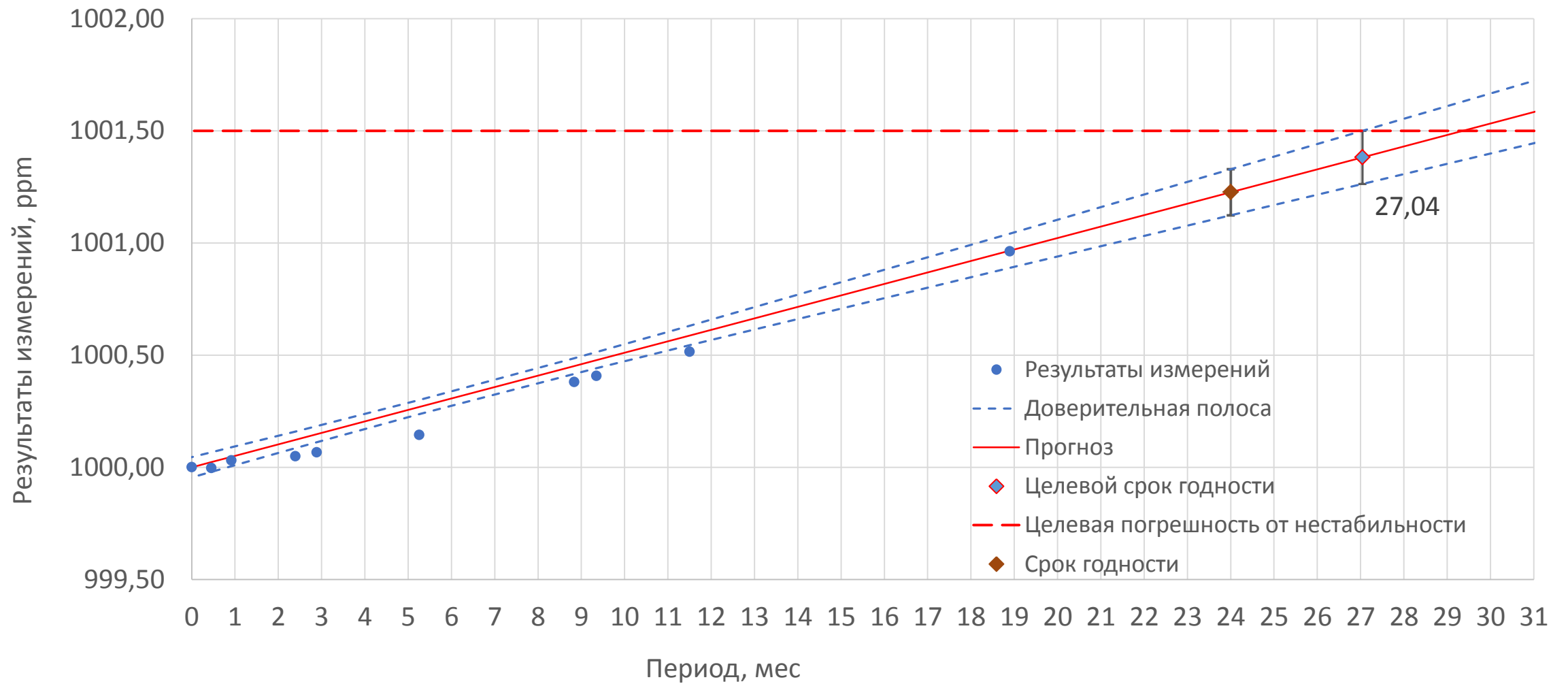
Сравнение



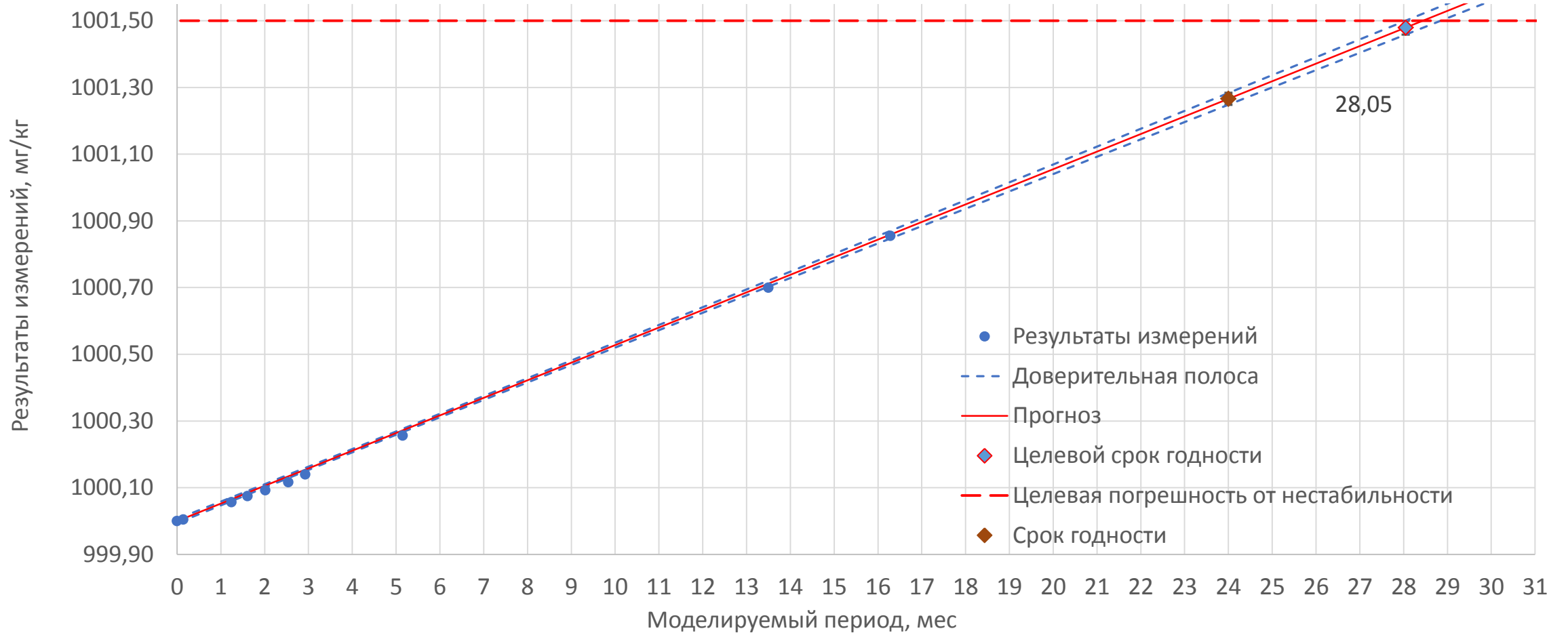
Без тренда



С трендом



С трендом изохронное



Оценка коэффициента ускорения при искусственном старении

Исходя из правила Вант-Гоффа

$$\tau_v = \tau_r / \gamma^{\frac{T_1 - T_0}{10}}$$

τ_1 - период исследования неустойчивости СО при ускоренном старении; τ_0 - предполагаемый срок годности СО при температуре хранения; T_0 , T_1 - температура хранения материала СО и температура хранения СО при ускоренном старении; γ – коэффициент ускорения реакции

Для оценки коэффициента γ необходимо определить величины τ_1 и τ_0 . Для этого выбирают такую T_x чтобы $T_0 \leq T_x \ll T_1$. Тогда

$$\gamma = \left(\frac{\tau_v}{\tau_x} \right)^{10/T_1 - T_x}$$

Выбор продолжительности исследований τ_v при T_1 производят по п. 4.5 при $\gamma = 2$. Получают N результатов измерений при T_x и T_1 в течение τ_v . Рассчитывают соответствующие коэффициенты линейной регрессии \hat{a}_x и \hat{a}_v

Вычисление γ проводят по формуле

$$\gamma = \left(\frac{\hat{a}_v}{\hat{a}_x} \right)^{10/T_1 - T_x}.$$

Квадратное уравнение для определения срока годности СО

$$\hat{\Delta}_T(\tau) = |\hat{a}| \cdot \tau + t_{p,N-2} \cdot \sqrt{\frac{1}{N-2} \sum_{n=0}^{N-1} (\tilde{X}_n - \hat{X}(\tau_n))^2} \cdot \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{(\tau - \bar{\tau})^2}{\sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2}}$$

Переносим первое из слагаемых из левой части в правую и возводя обе части уравнения в квадрат, получают следующее квадратное уравнение относительно τ_Γ

$$\frac{1}{N} + \frac{(\tau_\Gamma - \bar{\tau})^2}{\sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2} = \frac{(\hat{\Delta}_T - |\hat{a}| \cdot \tau_\Gamma)^2}{(t_{p,N-2} \cdot S(\varepsilon))^2}$$

Аналитически выразить τ_Γ можно по формуле

$$\tau_\Gamma = \frac{\sqrt{S^2(\varepsilon) \cdot \sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2 \cdot N \cdot t_{p,N-2}^2 \cdot (N \cdot \hat{\Delta}_T \cdot [\hat{\Delta}_T - 2 \cdot \bar{\tau} \cdot |\hat{a}|] + [(\bar{\tau}^2 \cdot N + \sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2) \cdot \hat{a}^2 - S^2(\varepsilon) \cdot t_{p,N-2}^2])}}{S^2(\varepsilon) \cdot N \cdot t_{p,N-2}^2 - \sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2 \cdot N \cdot \hat{a}^2} + \frac{S^2(\varepsilon) \cdot \bar{\tau} \cdot N \cdot t_{p,N-2}^2 - \sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2 \cdot N \cdot |\hat{a}| \cdot \hat{\Delta}_T}{S^2(\varepsilon) \cdot N \cdot t_{p,N-2}^2 - \sum_{n=0}^{N-1} (\tau_n - \bar{\tau})^2 \cdot N \cdot \hat{a}^2}$$

Оценка стандартной неопределенности

Из GUIDE 35:

8.6 Если наблюдается технически значимый тренд...ожидаемая степень деградации в течение запланированного срока действия оценена, д/б преобразована в стандартную неопределённость и включена, вместе с неопределённостью ожидаемой деградации, в неопределённость приписанного значения. Подход эквивалентен включению нескорректированного смещения в неопределённость измерений.

8.7.4 Если сертифицированное значение указывается независимо от времени, производитель СО должен увеличить неопределённость предсказания для учёта ожидаемого изменения. Выбирается срок годности и оценивается степень деградации за это время. Эти данные преобразуются в стандартную неопределённость (например, с использованием прямоугольного распределения, если наблюдается линейный тренд) и эта неопределённость объединяется (с использованием правил распределения неопределенностей) с неопределённостью прогнозируемого измерения.

ПРИМЕЧАНИЕ Полученная неопределённость для зависящего от времени сертифицированного значения может быть применима только к одной стороне интервала, в связи с тем, что деградация имеет тенденцию распространяться только в одном направлении, что приводит к ассиметричным неопределённостям.

$$\hat{\Delta}_T(\tau) = |\hat{a}| \cdot \tau + t_{p,N-2} \cdot S(\hat{X}(\tau))$$

$$S(\tau_r) = u(\tau_r) = \hat{\Delta}_T(\tau) / \sqrt{3}$$

Выводы

- Гармонизированы подходы в новом документе с международной практикой, описанной в ISO GUIDE 35
- Приведены оценки стандартного отклонения и стандартной неопределенности от нестабильности аттестуемой характеристики
- Устранены технические неточности в алгоритмах и примерах
- Новые алгоритмы позволяют адекватно оценить срок годности СО
- Приведен конкретный алгоритм действий для оценки характеристик стабильности СО
- Даны критерии выбора продолжительности исследований СО и необходимого количества результатов измерений для оценки стабильности СО

Спасибо за внимание!

