



ВНИИМ

ФГУП «Всероссийский научно-
исследовательский институт
Метрологии им.Д.И.Менделеева

ОБЗОР АЛГОРИТМОВ ОЦЕНИВАНИЯ ОДНОРОДНОСТИ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

Докладчик – Студенок В.В.

Действующие нормативные документы

ГОСТ 8.531-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава монолитных и дисперсных материалов. Способы оценивания однородности.

РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии Госстандарта России (ФГУП «УНИИМ»)

Дата введения 2003-03-01

Область применения. Настоящий стандарт распространяется на стандартные образцы (СО) состава монолитных материалов для спектрального анализа и на СО состава дисперсных материалов и устанавливает порядок проведения экспериментов и алгоритм обработки результатов при оценивании характеристик однородности в процессе аттестации СО.



Действующие нормативные документы

РМГ 93-2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов

РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии Госстандарта России (ФГУП «УНИИМ»)

Дата введения 2017-01-01

Область применения. Настоящие рекомендации распространяются на стандартные образцы состава и свойств веществ материалов и устанавливают алгоритмы оценивания их метрологических характеристик.

Действующие нормативные документы

ГОСТ ISO Guide 35-2015 Стандартные образцы. Общие принципы сертификации (аттестации)

ISO Guide 35:2017 Стандартные образцы. Руководство по характеристике и оцениванию однородности и стабильности.

ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием Уральский научно-исследовательский институт метрологии Госстандарта России (ФГУП «УНИИМ»)

Дата введения 2016-12-01

Область применения. В настоящем стандарте рассмотрены статистические принципы, способствующие пониманию и разработке надежных методов приписывания значений параметров стандартного образца, включая оценку связанной с ними неопределенности и установления их метрологической прослеживаемости.



ГОСТ 8.531-2002

РМГ 93-2015

- конкретная последовательность действий (формулы)

ГОСТ ISO Guide 35-2015

ISO Guide 35:2017

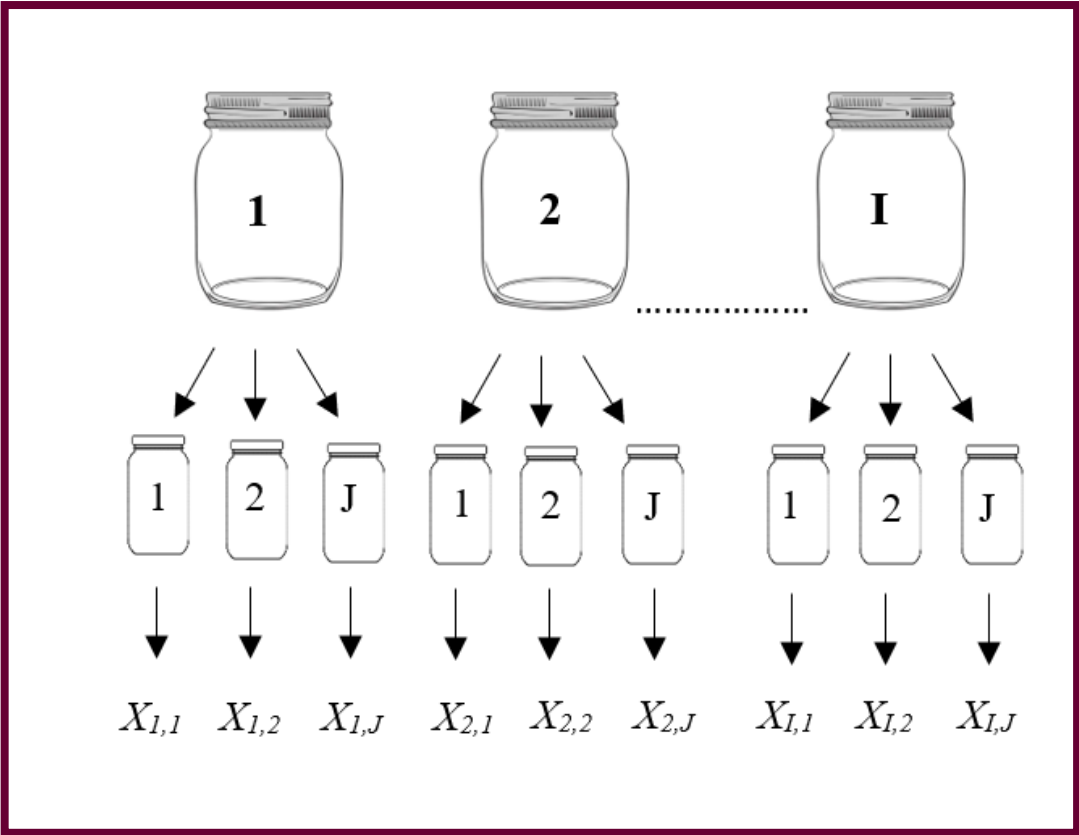
- только статистические модели и не приводит формул



Актуальность и необходимость пересмотра ГОСТ 8.531-2002

- не изложены статистические модели, на которых базируется оценка стандартного отклонения от неоднородности;
- в случае, когда стандартная неопределенность от неоднородности сравнима со стандартной неопределённостью измерений типа А, алгоритмы ГОСТ 8.531 отличаются от международного стандарта ISO Guide 35;
- для оценки однородности монолитных материалов приведён лишь частный алгоритм обработки данных для числа аналитических поверхностей и числа повторных измерений, равных 2;
- область применения ограничена только для стандартных образцов состава, хотя общие алгоритмы могут быть справедливы и для стандартных образцов свойств.

Оценивание однородности дисперсных материалов



Для исследования неоднородности СО случайным образом отбирается I экземпляров СО. Отбор экземпляров проводят после приготовления и фасовки материала СО.

Масса каждого экземпляра СО должна быть достаточной для проведения J повторных измерений аттестуемой характеристики.

Номер экземпляра, i	Номер результата j			
	1	2	...	J
1				
2				
...				
I				

Оценивание однородности дисперсных материалов

Статистическая модель результатов измерений, на основе которой базируется, алгоритм оценивания имеет вид:

$$x_{ij} = x + b_i + e_{ij}, \quad i = \overline{1, I}, \quad j = \overline{1, J} \quad (1)$$

где x - среднее значение аттестуемой характеристики в материале СО;

b_i - отклонение содержания от среднего значения в i -ом экземпляре СО;

e_{ij} - случайная погрешность измерения содержания в i -ом экземпляре СО при j -ом повторном измерении.

Предполагается, что $\{b_i\}$, $\{e_{ij}\}$ представляют собой выборки независимых случайных величин из различных нормальных совокупностей и, соответственно, справедливо:

$$E[b_i] = E[e_{ij}] = 0,$$

$$E[b_i^2] = \sigma_b^2,$$

$$E[e_{ij}^2] = \sigma_e^2, \quad i = \overline{1, I}, \quad j = \overline{1, J} \quad (2)$$

где σ_b^2 - дисперсия, обусловленная неоднородностью экземпляров СО массой m материала СО;

σ_e^2 - дисперсия случайных погрешностей измерений.

Оценивание однородности дисперсных материалов

Номер экземпляра, i	Номер результата j				\hat{x}	\bar{x}_{i*}	\hat{b}_i	\hat{e}_{ij}				S_e^2	S_b^2	$\hat{\sigma}_b$
	1	2	...	J										
1								\hat{e}_{11}	\hat{e}_{12}	...	\hat{e}_{1J}			
2								\hat{e}_{21}	\hat{e}_{22}	...	\hat{e}_{2J}			
...										
I								\hat{e}_{I1}	\hat{e}_{I2}	...	\hat{e}_{IJ}			

Вычисляют среднее арифметическое значение аттестуемой характеристики СО

$$\hat{x} = \bar{x}_{**} = \frac{1}{I \cdot J} \sum_{i,j} x_{ij} \quad (3)$$

Вычисляют средние арифметические значения аттестуемой характеристик СО в каждом экземпляре СО

$$\bar{x}_{i*} = \frac{1}{J} \sum_j x_{ij} \quad (4)$$

Вычисляют оценки отклонений аттестуемой характеристики от среднего в экземплярах СО

$$\hat{b}_i = \bar{x}_{i*} - \bar{x}_{**}, i = \overline{1, I} \quad (5)$$

Вычисляют оценки случайных погрешностей при повторных измерениях

$$\hat{e}_{ij} = x_{ij} - \hat{x} - \hat{b}_i = x_{ij} - \bar{x}_{i*}, i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J} \quad (6)$$

Вычисляют оценку дисперсии (выборочную дисперсию) случайных погрешностей

$$\hat{\sigma}_e^2 = \frac{1}{I \cdot (J-1)} \sum_{i,j} \hat{e}_{ij}^2 = S_e^2 = \frac{1}{I \cdot (J-1)} \sum_{i,j} (x_{ij} - \bar{x}_{i*})^2 \quad (7)$$

Оценка является несмещённой, то есть $E[S_e^2] = \sigma_e^2$.

Вычисляют выборочную дисперсию среднего значения в экземплярах СО

$$S_b^2 = \frac{1}{(I-1)} \sum_i (\hat{b}_i)^2 = \frac{1}{(I-1)} \sum_i (\bar{x}_{i*} - \bar{x}_{**})^2 \quad (8)$$

Выборочная дисперсия (8) является смещённой оценкой дисперсии неоднородности σ_b^2 , так как

$$E[S_b^2] = \sigma_b^2 + \frac{\sigma_e^2}{J}. \quad (9)$$

Несмещённой оценкой дисперсии, обусловленной неоднородностью СО могла бы служить разность $S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}$, но она может принимать отрицательные значения.

Поэтому окончательно вычисляют оценку дисперсии, обусловленную неоднородностью аттестуемого компонента СО по формуле

$$\hat{\sigma}_b^2 = \max\left(S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}; \frac{S_e^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right). \quad (10)$$

где $u(\frac{S_e^2}{J}) = \frac{S_e^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}$ является оценкой стандартной неопределённости величины $\frac{S_e^2}{J}$, случайные колебания

которой могут сделать разность $S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}$ малой положительной или даже отрицательной когда $\sigma_b^2 \approx u(\frac{S_e^2}{J})$.

Стандартную неопределенность, обусловленную неоднородностью аттестуемого значения СО, соответствующую наименьшей представительной пробе СО массой Δm , оценивают по формуле

$$u_h = \sigma_h = \sqrt{\hat{\sigma}_b^2 \cdot \frac{m}{\Delta m}} \quad \hat{\sigma}_b^2 = \max\left(S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}; \frac{S_e^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right). \quad (11)$$

где Δm - наименьшая представительная проба СО.

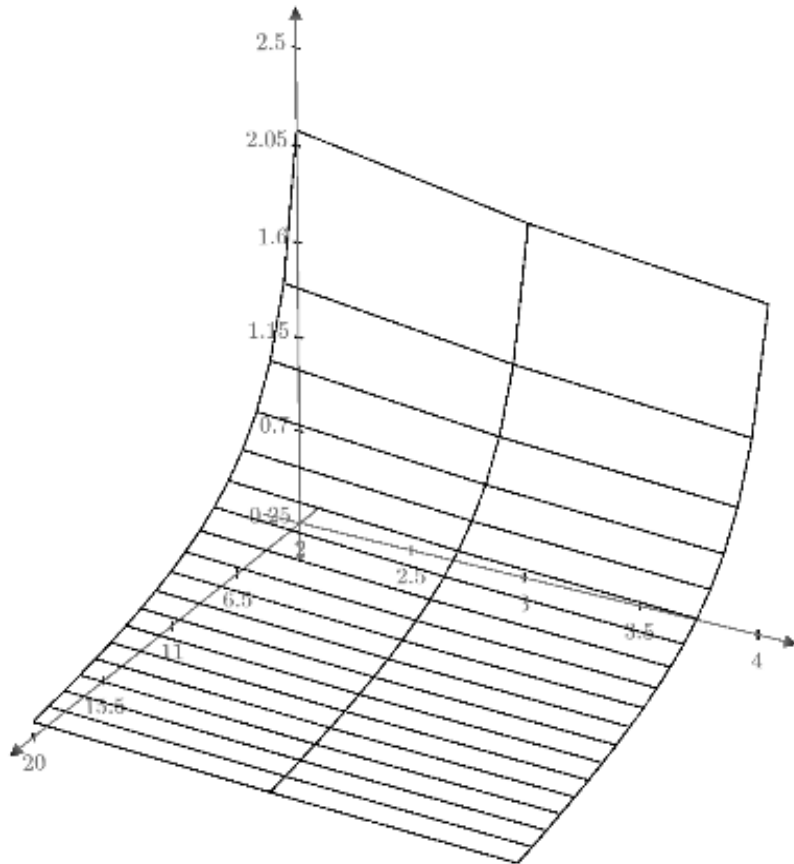
Отметим, что алгоритм ГОСТ 8.531 идентичен изложенному, однако, в случае когда разность $S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}$ является отрицательной, оценка стандартной неопределенности от неоднородности рассчитывается по формуле

$$u_h = \sigma_h = 1/3 \cdot S_e \sqrt{\frac{m}{\Delta m}} \quad (12) \text{ ГОСТ 8.531}$$

Рассмотрено отношение оценок стандартных неопределенностей на основе ISO Guide 35, ГОСТ 8.531 когда разность $S_b^2 - \frac{S_e^2}{J}$ является отрицательной

$$K(I, J) = \frac{u_{h(ISO)}}{u_{h(ГОСТ)}} = 3 \cdot J^{-\frac{1}{2}} \cdot \left(\frac{2}{I \cdot (J-1)}\right)^{\frac{1}{4}}, \quad S_b^2 - \frac{S_e^2}{J} < 0$$

Отношение оценок стандартных неопределенностей на основе ISO Guide 35, ГОСТ 8.531



В общем виде из данного графика очевидно, что при небольшом объеме эксперимента оценки стандартной неопределенности от неоднородности по ГОСТ 8.531–2002 будут занижены, тогда как при большом объеме эксперимента будет наблюдаться обратная картина и оценки стандартной неопределенности от неоднородности по ГОСТ 8.531–2002 будут завышены.

$K(I, J)$

Экспериментальная часть. Оценивание однородности дисперсных материалов

Пример № 1. Материал СО – калий хлористый флотационный. Аттестуемый компонент – ионы калия (K^+), аттестованная характеристика – массовая доля ионов калия, %. Количество отобранных экземпляров СО $I=10$, количество повторных измерений в экземплярах СО $J=2$. Масса проб $m=1$ г.

Таблица 1 – результаты измерений массовой доли ионов калия (в процентах)

Номер экземпляра СО	Номер результата измерений		\bar{x}_{i*}
	1	2	
1	47,32	47,16	47,24
2	47,37	47,73	47,55
3	47,39	47,34	47,37
4	46,98	47,55	47,27
5	47,67	47,55	47,61
6	47,64	47,68	47,66
7	47,75	47,68	47,72
8	47,69	47,63	47,66
9	47,55	47,67	47,61
10	47,60	47,67	47,64

$$S_b^2 - \frac{S_e^2}{J} = 0.0304 - \frac{0.0263}{2} = 0.0173 \geq 0$$

$$u_h = S_h = \sqrt{0,0173 \cdot \frac{1,0}{1,0}} = 0.1314.$$

$$K(I, J) = \frac{u_{h(ISO)}}{u_{h(ГОСТ)}} = 1$$

Экспериментальная часть. Оценивание однородности дисперсных материалов

Пример № 2. Материал СО – калий хлористый флотационный. Аттестуемый компонент – хлорид калия (KCl), аттестованная характеристика – массовая доля хлорида калия, %. Количество отобранных экземпляров СО $I=10$, количество повторных измерений в экземплярах СО $J=2$. Масса проб $m=1$ г.

Таблица 2 – результаты измерений массовой доли хлорида калия (в процентах)

Номер экземпляра СО	Номер результата измерений		\bar{x}_{i*}
	1	2	
1	95,32	94,92	95,120
2	95,44	95,50	95,470
3	95,32	96,42	95,868
4	94,90	95,40	95,150
5	95,51	95,77	95,640
6	95,65	95,94	95,795
7	95,40	95,81	95,605
8	95,51	95,94	95,725
9	95,37	95,95	95,660
10	95,40	95,93	95,665

$$S_b^2 - \frac{S_e^2}{J} = -0.0044$$

$$u_{h(ISO)} = 0.1749.$$

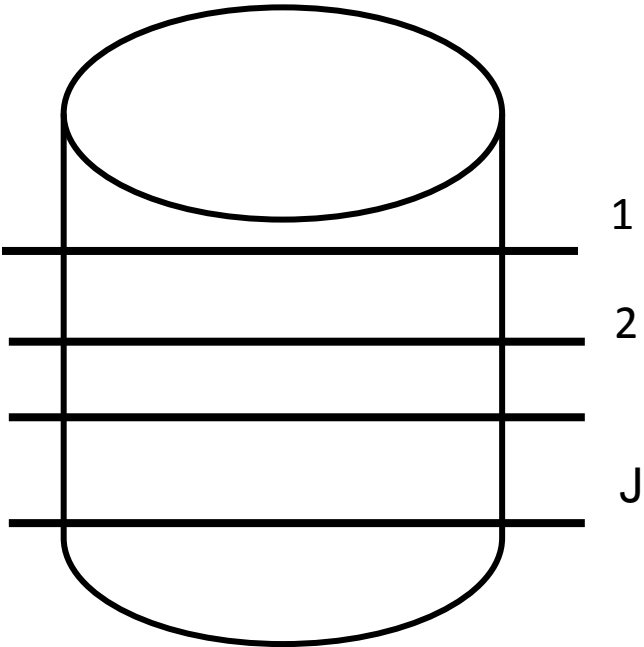
$$u_{h(ГОСТ)} = 0.1233$$

$$K(I, J) = \frac{u_{h(ISO)}}{u_{h(ГОСТ)}} = 1,42$$

Оценивание однородности монолитных материалов

Для исследования неоднородности СО случайным образом отбирается I экземпляров. Путём разрезания СО в случайных местах по длине (высоте) подготавливают $J \geq 2$ аналитических поверхностей. На каждой аналитической поверхности проводят $N \geq 2$ повторных измерений.

Номер экземпляра, i	Номер поверхности, j	Номер результата, n			
		1	2	...	N
1	1				
	J				
2	1				
	J				
I	1				
	J				



Оценивание однородности монолитных материалов

Статистическая модель результатов измерений, на основе которой базируется, алгоритм оценивания имеет вид:

$$x_{ijn} = x + b_i + w_{ij} + e_{ijn}, i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J}, n = \overline{1, N} \quad (13)$$

где x - среднее содержание аттестуемого компонента в материале СО;

b_i - отклонение среднего содержания аттестуемого компонента в i -ом отобранном экземпляре СО от среднего значения в материале СО;

w_{ij} - отклонение содержания аттестуемого компонента на j -ой аналитической поверхности от среднего значения в i -ом экземпляре СО;

e_{ijn} - случайная погрешность n -ого повторного измерения содержания аттестуемого компонента на j -ой аналитической поверхности в i -ом экземпляре СО.

Предполагается, что $\{b_i\}, \{w_{ij}\}, \{e_{ijn}\}$ представляют собой выборки независимых случайных величин из различных нормальных совокупностей и, соответственно, справедливо:

$$E[b_i] = E[w_{ij}] = E[e_{ijn}] = 0, E[b_i^2] = \sigma_b^2, E[w_{ij}^2] = \sigma_w^2, E[e_{ijn}^2] = \sigma_e^2, i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J}, n = \overline{1, N} \quad (14)$$

где σ_b^2 - дисперсия неоднородности материала между экземплярами СО,

σ_w^2 - дисперсия неоднородности материала внутри каждого экземпляра СО,

σ_e^2 - дисперсия случайных погрешностей измерений.

Оценивание однородности монолитных материалов

Номер экземпляра, <i>i</i>	Номер поверхности, <i>j</i>	Номер результата n				\hat{x}	$\overline{x_{i**}}$	$\overline{x_{ij*}}$	$\widehat{w_{ij}}$	$\widehat{b_i}$	$\widehat{e_{ijn}}$				S_e^2	S_w^2	$\widehat{\sigma_w^2}$	S_b^2	$\widehat{\sigma_b^2}$	u_h
		1	2	...	N															
1	1										$\widehat{e_{111}}$	$\widehat{e_{121}}$...	$\widehat{e_{1J1}}$						
	J										$\widehat{e_{11n}}$	$\widehat{e_{12n}}$...	$\widehat{e_{1JN}}$						
2	1										$\widehat{e_{211}}$	$\widehat{e_{221}}$...	$\widehat{e_{2J1}}$						
	J										$\widehat{e_{21n}}$	$\widehat{e_{22n}}$...	$\widehat{e_{2JN}}$						
I	1										$\widehat{e_{I11}}$	$\widehat{e_{I21}}$...	$\widehat{e_{IJ1}}$						
	J										$\widehat{e_{I1n}}$	$\widehat{e_{I2n}}$...	$\widehat{e_{IJN}}$						

Вычисляют среднее арифметическое содержание аттестуемого компонента СО

$$\hat{x} = \bar{x}_{***} = \frac{1}{I \cdot J \cdot N} \sum_{i,j,n} x_{ijn}. \tag{15}$$

Вычисляют среднее арифметическое содержания аттестуемого компонента в различных экземплярах СО

$$\bar{x}_{i**} = \frac{1}{J \cdot N} \sum_{n,j} x_{ijn}. \tag{16}$$

Вычисляют среднее арифметическое содержания аттестуемого компонента на различных аналитических поверхностях различных экземпляров СО

$$\bar{x}_{ij*} = \frac{1}{N} \sum_n x_{ijn} \quad (17)$$

Вычисляют оценки величины неоднородности внутри каждого экземпляра СО

$$\hat{w}_{ij} = \bar{x}_{ij*} - \bar{x}_{i**}, i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J} \quad (18)$$

Вычисляют оценки величины неоднородности между экземплярами СО

$$\hat{b}_i = \bar{x}_{i**} - \bar{x}_{***}, i = \overline{1, I} \quad (19)$$

Вычисляют оценки величины случайных погрешностей при повторных измерениях

$$\hat{e}_{ijn} = x_{ijn} - \hat{x} - \hat{b}_i - \hat{w}_{ij} = x_{ijn} - \bar{x}_{ij*}, i = \overline{1, I}, j = \overline{1, J}, n = \overline{1, N} \quad (20)$$

Вычисляют оценку дисперсии случайных погрешностей

$$\hat{\sigma}_e^2 = \frac{1}{I \cdot J \cdot (N-1)} \sum_{i,j,n} \hat{e}_{ijn}^2 = S_e^2 = \frac{1}{I \cdot J \cdot (N-1)} \sum_{i,j,n} (x_{ijn} - \bar{x}_{ij*})^2 \quad (21)$$

Оценка является несмещённой, то есть $E[S_e^2] = \sigma_e^2$.

Вычисляют выборочную дисперсию неоднородности внутри образцов

$$S_w^2 = \frac{1}{I \cdot (J-1)} \sum_{i,j} (\hat{w}_{ij})^2 = \frac{1}{I \cdot (J-1)} \sum_{i,j} (\bar{x}_{ij*} - \bar{x}_{i**})^2 \quad (22)$$

Выборочная дисперсия (22) является смещённой оценкой дисперсии неоднородности внутри образцов σ_w^2 , так как

$$E[S_w^2] = \sigma_w^2 + \frac{\sigma_e^2}{N}.$$

Вычисляют оценку дисперсии неоднородности внутри экземпляров СО

$$\hat{\sigma}_w^2 = \max\left(S_w^2 - \frac{S_e^2}{N}, \frac{S_e^2}{N} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right) = S_{\text{мик}}^2. \quad (23)$$

Здесь величина $u\left(\frac{S_e^2}{N}\right) = \frac{S_e^2}{N} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}$ является оценкой дисперсии величины $\frac{S_e^2}{N}$.

Вычисляют выборочную дисперсию неоднородности между экземплярами СО

$$S_b^2 = \frac{1}{(I-1)} \sum_i (\hat{b}_i)^2 = \frac{1}{(I-1)} \sum_i (\bar{x}_{i**} - \bar{x}_{***})^2 \quad (24)$$

Выборочная дисперсия (24) является смещённой оценкой дисперсии неоднородности между экземплярами СО так как

$$E[S_b^2] = \sigma_b^2 + \frac{\sigma_w^2}{J} + \frac{\sigma_e^2}{J \cdot N}.$$

Вычисляют оценку дисперсии неоднородности между экземплярами СО

$$\hat{\sigma}_b^2 = \max\left(S_b^2 - \frac{S_w^2}{J}, \frac{S_w^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}\right) = S_{\text{мак}}^2 \quad (25)$$

Здесь величина $u(\frac{S_w^2}{J}) = \frac{S_w^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}}$ является оценкой дисперсии величины $\frac{S_w^2}{J}$.

Стандартную неопределенность (стандартное отклонение), обусловленную(ое) неоднородностью аттестуемого значения СО, рассчитывают по формуле:

$$u_h = S_h = \sqrt{S_{\text{мак}}^2 + S_{\text{мик}}^2} \quad (26)$$

\bar{x}_{ij*}

Экспериментальная часть. Оценивание однородности монолитных материалов

Пример № 3. Материал СО – сплав на основе алюминия. Аттестуемый компонент - бор. Однородность СО исследована атомно-эмиссионным методом спектрального анализа.

Таблица 3 – результаты измерений массовой доли бора (в процентах)

Результаты измерений				\bar{x}_{ij*}	\bar{x}_{i**}	\hat{w}_{ij}^2	\hat{b}_i^2	\hat{e}_{iin}^2	
Номер СО	Номер аналитической поверхности	Номер измерения						Номер измерения	
		1	2					1	2
1	1	0.0120784	0.0118183	0.0238967	0.0487122	0.000000053	0.000000053	0.000000017	0.000000017
	2	0.0138155	0.0110000	0.0248155		0.000000053		0.000001982	0.000001982
2	1	0.0110203	0.0120397	0.0230600	0.0457970	0.000000007	0.000000248	0.000000260	0.000000260
	2	0.0112482	0.0114889	0.0227371		0.000000007		0.000000014	0.000000014
3	1	0.0119001	0.0115009	0.0234010	0.0466335	0.000000002	0.000000084	0.000000040	0.000000040
	2	0.0117592	0.0114732	0.0232325		0.000000002		0.000000020	0.000000020
4	1	0.0117186	0.0116744	0.0233930	0.0474566	0.000000028	0.000000007	0.000000000	0.000000000
	2	0.0122288	0.0118349	0.0240637		0.000000028		0.000000039	0.000000039
5	1	0.0117177	0.0111411	0.0228589	0.0449465	0.000000037	0.000000505	0.000000083	0.000000083
	2	0.0108100	0.0112777	0.0220876		0.000000037		0.000000055	0.000000055
6	1	0.0108192	0.0116208	0.0224400	0.0449945	0.000000001	0.000000489	0.000000161	0.000000161
	2	0.0111494	0.0114050	0.0225544		0.000000001		0.000000016	0.000000016
7	1	0.0104963	0.0112214	0.0217177	0.0437168	0.000000005	0.000001037	0.000000131	0.000000131
	2	0.0108423	0.0111568	0.0219991		0.000000005		0.000000025	0.000000025
8	1	0.0116513	0.0119935	0.0236448	0.0466458	0.000000026	0.000000082	0.000000029	0.000000029
	2	0.0116919	0.0113090	0.0230009		0.000000026		0.000000037	0.000000037
9	1	0.0110461	0.0115812	0.0226273	0.0451273	0.000000001	0.000000443	0.000000072	0.000000072
	2	0.0115028	0.0109972	0.0225000		0.000000001		0.000000064	0.000000064
10	1	0.0117915	0.0112408	0.0230323	0.0463792	0.000000006	0.000000124	0.000000076	0.000000076
	2	0.0112934	0.0120535	0.0233469		0.000000006		0.000000144	0.000000144
11	1	0.0124834	0.0122897	0.0247731	0.0496541	0.000000001	0.000000217	0.000000009	0.000000009
	2	0.0122482	0.0126328	0.0248810		0.000000001		0.000000037	0.000000037
12	1	0.0125258	0.0128838	0.0254096	0.0497922	0.000000066	0.000000250	0.000000032	0.000000032
	2	0.0124825	0.0119001	0.0243826		0.000000066		0.000000085	0.000000085



Результаты измерений				\bar{x}_{ij*}	\bar{x}_{i**}	\hat{w}^2_{ij}	\hat{b}^2_i	\hat{e}^2_{in}	
Номер СО	Номер аналитической поверхности	Номер измерения						Номер измерения	
		1	2					1	2
13	1	0.0121956	0.0116089	0.0238044	0.0472611	0.000000008	0.000000018	0.000000086	0.000000086
	2	0.0122048	0.0112518	0.0234566		0.000000008		0.000000227	0.000000227
14	1	0.0122122	0.0122306	0.0244428	0.0472279	0.000000172	0.000000020	0.000000000	0.000000000
	2	0.0113220	0.0114631	0.0227851		0.000000172		0.000000005	0.000000005
15	1	0.0117906	0.0114354	0.0232260	0.0462454	0.000000003	0.000000149	0.000000032	0.000000032
	2	0.0119308	0.0110886	0.0230194		0.000000003		0.000000177	0.000000177
16	1	0.0114760	0.0120212	0.0234972	0.0472509	0.000000004	0.000000018	0.000000074	0.000000074
	2	0.0121845	0.0115692	0.0237537		0.000000004		0.000000095	0.000000095
17	1	0.0119133	0.0121744	0.0240876	0.0482804	0.000000001	0.000000015	0.000000017	0.000000017
	2	0.0123939	0.0117989	0.0241928		0.000000001		0.000000089	0.000000089
18	1	0.0117463	0.0118367	0.0235830	0.0487113	0.000000149	0.000000053	0.000000002	0.000000002
	2	0.0126836	0.0124446	0.0251282		0.000000149		0.000000014	0.000000014
19	1	0.0119001	0.0119001	0.0238002	0.0485844	0.000000061	0.000000039	0.000000000	0.000000000
	2	0.0120664	0.0127177	0.0247841		0.000000061		0.000000106	0.000000106
20	1	0.0121993	0.0133432	0.0255424	0.0502793	0.000000041	0.000000387	0.000000327	0.000000327
	2	0.0128367	0.0119001	0.0247368		0.000000041		0.000000219	0.000000219
21	1	0.0134142	0.0137463	0.0271605	0.0532620	0.000000070	0.000001871	0.000000028	0.000000028
	2	0.0136227	0.0124788	0.0261015		0.000000070		0.000000327	0.000000327
22	1	0.0119001	0.0136227	0.0255228	0.0520699	0.000000066	0.000001145	0.000000742	0.000000742
	2	0.0136282	0.0129188	0.0265470		0.000000066		0.000000126	0.000000126
23	1	0.0116485	0.0115664	0.0232149	0.0476688	0.000000096	0.000000001	0.000000002	0.000000002
	2	0.0127223	0.0117315	0.0244539		0.000000096		0.000000245	0.000000245
24	1	0.0123542	0.0124511	0.0248054	0.0492113	0.000000010	0.000000126	0.000000002	0.000000002
	2	0.0118644	0.0125415	0.0244059		0.000000010		0.000000115	0.000000115
25	1	0.0120221	0.0120221	0.0240443	0.0488496	0.000000036	0.000000070	0.000000000	0.000000000
	2	0.0123542	0.0124511	0.0248054		0.000000036		0.000000002	0.000000002



Результаты обработки методом двухфакторного анализа

На основе сумм столбцов таблицы 4 по формулам (15) – (25) рассчитывают значения величин

$$\hat{x} = \bar{x}_{***} = 0.0119476,$$

$$S_e^2 = 0.000000259,$$

$$S_w^2 = 0.000000076,$$

$$S_b^2 = 0.000000311.$$

$$S_w^2 - \frac{S_e^2}{N} = -0.000000054,$$

$$\text{а также } u\left(\frac{S_e^2}{N}\right) = \frac{S_e^2}{N} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot J(N-1)}} = \frac{0.000000259}{2} \cdot \sqrt{\frac{2}{2 \cdot 2(25-1)}} = 0.000000026$$

$$S_{\text{мик}}^2 = 0.000000026$$

$$S_b^2 - \frac{S_w^2}{J} = 0.000000273,$$

$$\text{а также } u\left(\frac{S_w^2}{J}\right) = \frac{S_w^2}{J} \cdot \sqrt{\frac{2}{I \cdot (J-1)}} = \frac{0.000000076}{2} \cdot \sqrt{\frac{2}{25 \cdot (2-1)}} = 0.000000011$$

$$S_{\text{мак}}^2 = 0.000000273$$

$$S_h = \sqrt{0.000000026 + 0.000000273} = 0.0005464$$

что составляет $u_h = 4.6\%$ от среднего значения аттестуемого компонента.

По ГОСТ 8.531 $u_h = 4.4\%$, т.е. оценки очень близки ввиду большого количества измерений.

Заключение

1. Разработаны статистические модели для оценивания характеристик однородности для дисперсных материалов на основе однофакторного дисперсионного анализа и для монолитных материалов на основе двухфакторного дисперсионного анализа.
2. Для дисперсных материалов показана необходимость учета массы наименьшей представительной пробы при оценивании стандартной неопределенности от неоднородности.
3. Показано, что в случае, когда стандартное отклонение от неоднородности сравнимо со случайной погрешностью измерений, алгоритмы ГОСТ 8.531 отличаются от международного стандарта ISO Guide 35 и при ограниченном числе измерений приводят к другим значениям оценок, чаще заниженным значениям стандартного отклонения от неоднородности.
4. Для монолитных материалов разработан алгоритм оценивания стандартной неопределенности от неоднородности для произвольного числа аналитических поверхностей и измерений на них содержания компонента.
5. Так как алгоритм оценивания неопределенности от неоднородности одинаков как для СО состава, так и свойств, то при пересмотре ГОСТ 8.531 предлагается расширить его область применения, включив СО свойств.

Собина Е.П., Аронов П.М., Мигаль П.В., Кремлева О.Н., Студенок В.В., Фирсанов В.А., Медведевских С.В. Алгоритмы оценивания однородности стандартных образцов состава и свойств дисперсных и монолитных материалов. Эталон. Стандартные образцы. 2023;19(3):77-91 <https://www.rmjournal.ru/jour/article/view/405>

СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ

РСТ