

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
4259**

Третье издание
2006-08-01

Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Petroleum products — Determination and application of precision data
in relation to methods of test*

ISO 4259:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946-08eb27534f1c/iso-4259-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 4259:2006(R)

© ISO 2006

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4259:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946-08eb27534f1c/iso-4259-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	v
Введение	vi
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Этапы планирования межлабораторной программы испытаний для определения прецизионности метода испытания	5
4.1 Общие положения	5
4.2 Подготовка проекта метода испытания	5
4.3 Планирование пилотной (пробной) программы с участием не менее двух лабораторий	6
4.4 Планирование межлабораторной программы	6
4.5 Выполнение межлабораторной программы	6
5 Исследование результатов межлабораторных испытаний с целью проверки однородности и выявления выбросов	7
5.1 Общие положения	7
5.2 Преобразование данных	8
5.3 Выявление аномальных результатов (выбросов)	9
5.4 Браковка полного набора данных по пробе	12
5.5 Оценивание результатов, заменяющих потерянные и забракованные данные	14
5.6 Выявление выпадающих лабораторий	15
5.7 Подтверждение правильности выбранного преобразования	16
6 Дисперсионный анализ и вычисление оценок показателей прецизионности	16
6.1 Общие положения	16
6.2 Дисперсионный анализ	16
6.3 Математические ожидания средних квадратов и расчет оценок показателей прецизионности	19
6.4 Выражение оценок показателей прецизионности метода испытания	22
7 Значение повторяемости (r) и воспроизводимости (R)	23
7.1 Общие положения	23
7.2 Повторяемость (сходимость), r	23
7.3 Воспроизводимость, R	24
8 Спецификации (Технические условия на продукцию)	26
8.1 Назначение спецификаций	26
8.2 Формирование граничных значений состава и свойства нефтепродуктов с учетом прецизионности	26
9 Контроль качества продукции на соответствие требованиям спецификаций	27
9.1 Общие положения	27
9.2 Граничные значения результатов у поставщика	27
9.3 Граничные значения результатов у получателя	28
10 Процедура урегулирования разногласий	28
Приложение А (нормативное) Определение требуемого числа проб	30
Приложение В (информативное) Вывод уравнения для расчета требуемого числа проб	32
Приложение С (нормативное) Виды испытаний и обозначения	33

Приложение D (нормативное) Примеры результатов испытаний по определению бромного числа и статистические таблицы	38
Приложение E (нормативное) Виды зависимостей и соответствующие преобразования	47
Приложение F (нормативное) Взвешенный линейный регрессионный анализ	51
Приложение G (нормативное) Правила округления результатов	58
Приложение H (информативное) Пояснение к уравнениям, приведенным в Разделе 7.....	59
Приложение I (информативное) Уровень требований к качеству продукции в спецификациях.....	61
Библиография	64

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4259:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946-08eb27534f1c/iso-4259-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946-08eb27534f1c/iso-4259-2006>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 4259 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 28, *Нефтепродукты и смазочные материалы*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 4259:1992), Разделы 1, 5, 7, C.7, E.2 и F.3 и подразделы 4.2, 5.2, 6.3.2, 6.3.3.1, 6.3.3.3, 6.4, 8.2, 10.2, 10.4 и 10.5, подверглись техническому пересмотру. Этот стандарт также включает Техническую поправку ISO 4259:1992/Cor.1:1993.

Введение

В целях контроля качества и проверки соответствия техническим требованиям спецификаций показатели товарные нефтепродукты оценивают с помощью стандартизованных лабораторных методов испытаний. Два или более измерений одного и того же свойства конкретной пробы любым заданным методом испытаний (измерений) обычно не дают точно один и тот же результат. Поэтому необходимо должным образом учитывать этот факт, принять статистически обоснованные оценки показателей прецизионности метода, т.е. объективные меры согласованности, ожидаемой для двух или более результатов, полученных в установленных условиях.

ISO 4259 дает ссылку на ISO 3534-1^[11], в котором приводится другое определение истинного значения (см. 3.26). ISO 4259 также ссылается на ISO 5725-2, который требуется при особых или необычных обстоятельствах (см. 5.2) с целью оценки прецизионности.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4259:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946-08eb27534f1c/iso-4259-2006>

Нефтепродукты. Определение и применение данных прецизионности в отношении методов испытания

1 Область применения

Данный международный стандарт охватывает расчет оценок прецизионности и их применение к спецификациям (техническим условиям). В частности, стандарт содержит определения соответствующих статистических терминов (Раздел 3), процедуры, которые необходимо выполнять при планировании межлабораторной программы испытаний для определения прецизионности метода испытания (Раздел 4), метод расчета прецизионности по результатам такой программы (Разделы 5 и 6), и процедуру, которой необходимо следовать при интерпретации лабораторных результатов как в отношении прецизионности методов испытаний, так и пределов (граничных значений), установленных в спецификациях (Разделы 7 – 10).

Процедуры, описанные в данном международном стандарте, предназначены конкретно для нефти и нефтепродуктов, которые обычно являются гомогенными. Однако, процедуры, описанные в этом стандарте, можно также применить к другим типам гомогенных продуктов. Тщательные исследования необходимо провести, прежде чем применять настоящий международный стандарт к продуктам, для которых предположение о гомогенности находится под вопросом.

2 Нормативные ссылки

ISO 4259:2006

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для жестких ссылок применяются только указанное по тексту издание. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 5725-2:1994, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерения. Часть 2. Основной метод определения повторяемости (сходимости) и воспроизводимости стандартного метода измерения*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему стандарту используются следующие термины и определения.

3.1

дисперсионный анализ analysis of variance

метод анализа, позволяющий разложить общую дисперсию на составляющие, обусловленные действием определенных факторов

3.2

межлабораторная дисперсия between-laboratory variance

элемент полной дисперсии, свойственный расхождению между средними значениями для разных лабораторий

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Если сопоставляют результаты, полученные более чем в одной лаборатории, разброс обычно шире, чем если то же самое число испытаний выполняют в одной лаборатории, и существует некоторая вариация между средними значениями, полученными разными лабораториями. Это вызывает увеличение межлабораторной дисперсии, которая является составляющей общей дисперсии, обусловленное расхождением средних значений, полученных в разных лабораториях.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Существует соответствующее определение дисперсии между операторами.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Термин “межлабораторный” часто сокращают до термина “лабораторный”, если его используют для оценки репрезентативных представительных параметров дисперсии совокупности результатов, например, “лабораторная дисперсия”.

3.3 смещение (отклонение)
bias
разность между истинным значением (относящимся к данному методу испытания) и известным значением, если его можно определить

ПРИМЕЧАНИЕ Для определения “истинного значения” и “известного значения” см. 3.26 и 3.8, соответственно.

3.4 слепое кодирование
blind coding
присвоение разных номеров каждой из проб, при этом оператор не должен получать никакой другой идентификации или информации о пробе

3.5 контрольная проба
check sample
проба, отобранная в том месте, где происходит передача продукта, т.е. там, где ответственность за качество продукта переходит от поставщика к получателю

3.6 число степеней свободы
degrees of freedom
делитель, используемый при расчете дисперсии; на единицу меньше числа независимых результатов

ПРИМЕЧАНИЕ Это определение применяется только в простейших случаях. Исчерпывающие определения выходят за рамки настоящего международного стандарта.

3.7 определение
determination
процесс выполнения серии операций, установленных в документе на метод испытаний, в ходе которых получают единичное значение

3.8 известное значение
known value
фактическое количественное значение величины, установленное процедурой приготовления

ПРИМЕЧАНИЕ Известное значение не всегда существует (оно не может быть определено), например, для эмпирических условных величин, таких как температура вспышки.

3.9 среднее
среднее арифметическое
mean
arithmetic mean
сумма результатов для данного ряда, деленная на их число

3.10**среднее квадратичное (средний квадрат)****mean square**

сумма квадратов, деленная на число степеней свободы

3.11**нормальное распределение****normal distribution**распределение вероятностей непрерывной случайной переменной, x , такой, что если x любое действительное число, плотность вероятности равна

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2\right], -\infty < x < \infty \quad (1)$$

ПРИМЕЧАНИЕ μ является истинным значением, а σ среднеквадратическим отклонением данного нормального распределения ($\sigma > 0$).

3.12**оператор****operator**

сотрудник, который обычно и регулярно выполняет конкретное испытание

3.13**выброс****outlier**

результат, достаточно далекий по величине от других результатов, и его нельзя рассматривать как часть одного ряда

3.14**прецизионность****precision**

степень близости друг к другу результатов, полученных при неоднократном выполнении процедуры испытаний на идентичных материалах и в предписанных условиях

ПРИМЕЧАНИЕ Чем меньше случайная составляющая экспериментальной ошибки, тем выше точность метода.

3.15**случайная ошибка****random error**

случайное отклонение, встречающееся во всех испытаниях, несмотря на самый строгий контроль переменных

3.16**получатель****recipient**

любое лицо или организация, которая получает или принимает продукцию от поставщика

3.17**повторяемость (сходимость)****repeatability**

〈качественно〉 степень близости друг к другу независимых результатов, полученных при нормальном и правильном выполнении одного и того же метода на идентичном испытуемом материале за короткий промежуток времени в одних и тех же условиях испытания (один и тот же оператор, одно и то же оборудование, одна и та же лаборатория)

ПРИМЕЧАНИЕ Представительные характеристики рассеяния генеральной совокупности, которые можно связать с результатами испытаний, охватываются термином «повторяемость», например, стандартное (среднеквадратическое) отклонение в условиях повторяемости или дисперсия в условиях повторяемости. Важно,

чтобы термин “повторяемость” не путали с терминами “между повторными” или “повторные испытания” (см. 3.19). Повторяемость относят к состоянию, когда случайная изменчивость результатов минимальна. Период времени, в течение которого повторяемые результаты должны быть получены, должен быть достаточно коротким, чтобы исключить зависимые от времени ошибки, ошибки калибровки и ошибки, связанные с влиянием окружающей среды.

3.18

повторяемость (сходимость)
repeatability

〈количественно〉 абсолютное значение, которое меньше или равно разности двух отдельных результатов испытаний, полученных в заданных условиях, соответствующее доверительной вероятности 95 %

ПРИМЕЧАНИЕ В отношении подробного описания заданных условий см. 3.17.

3.19

дублирование
replication

выполнение метода испытания более одного раза с целью улучшения прецизионности и получения меньшей ошибки испытаний

ПРИМЕЧАНИЕ Дублирование следует отличать от обычного повторения, так как оно предполагает выполнение повторных испытаний в одном месте и, по мере возможности, в течение одного периода времени. Представительные характеристики дисперсии совокупности, которую можно ассоциировать с повторными экспериментами, обозначают термином “между повторами” или сокращенно “повторы”, например “стандартное отклонение повторов”.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.20

воспроизводимость
reproducibility

〈качественно〉 степень близости друг к другу отдельных результатов, полученных при нормальном и правильном выполнении одного и того же метода на идентичном испытуемом материале, но в разных условиях испытания (разные операторы, разное оборудование, разные лаборатории).

ПРИМЕЧАНИЕ Представительные характеристики дисперсии генеральной совокупности, которую можно ассоциировать с результатами испытаний, охватываются термином “воспроизводимость”, например, стандартное (среднеквадратическое) отклонение в условиях воспроизводимости или дисперсия в условиях воспроизводимости.

3.21

воспроизводимость
reproducibility

〈количественно〉 значение, которое меньше или равно абсолютной разности двух независимых результатов испытаний, полученных на идентичном материале операторами в разных лабораториях с использованием стандартизованного метода испытаний, соответствующее доверительной вероятности 95 %

3.22

результат
result

итоговое значение, полученное путем выполнения процедуры метода испытания; оно может быть получено из одного определения или нескольких определений в зависимости от указаний метода

ПРИМЕЧАНИЕ Предполагается, что результат округляют в соответствии с процедурой, описанной в Приложении G.

3.23

стандартное (среднеквадратическое) отклонение
standard deviation

мера рассеяния серии результатов относительно среднего значения, равная положительному значению корня квадратного от среднего квадратичного (среднего квадрата)

3.24

сумма квадратов
sum of squares

сумма квадратов разностей серий результатов и их среднего значения

3.25

поставщик
supplier

лицо или организация, ответственная за качество продукции, прежде чем ее заберет получатель

3.26

истинное значение
true value

для практических целей, значение, к которому стремится среднее значение отдельных результатов, полученных n лабораториями, при n , стремящемся к бесконечности

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Такое истинное значение связано с конкретным методом испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Другое идеализированное определение приводится в стандарте ISO 3534-2^[11].

3.27

дисперсия
variance

среднее значение квадратов отклонения случайной переменной от ее среднего, рассчитанного по среднему квадрату

iTeh STANDARD PREVIEW

4 Этапы планирования межлабораторной программы испытаний для определения прецизионности метода испытания

4.1 Общие положения

ISO 4259:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a38ba14b-87fe-4d06-b946->

Этапы планирования межлабораторной программы испытаний следующие:

- a) подготовка проекта метода испытания;
- b) планирование экспериментальной (пробной) программы для не менее двух лабораторий,
- c) планирование межлабораторной программы;
- d) выполнение межлабораторной программы.

Эти четыре этапа описаны по очереди с 4.2 по 4.5.

4.2 Подготовка проекта метода испытания

Этот этап должен включать описание всех необходимых деталей для выполнения испытаний и форму отчета о его результатах. Необходимо регламентировать любое условие, которое могло бы изменить результаты испытания.

Раздел по прецизионности включает в проект метод испытания на данном этапе только как заголовок. Рекомендуется, чтобы нижняя граница области применения данного метода испытания была не меньше чем область самого низкого значения, измеренного в межлабораторной программе, и, по крайней мере, на $2R$ больше, чем самый низкий достижимый результат (см. 8.2), где R – оценка воспроизводимости. Аналогично, рекомендуется, чтобы верхняя граница области применения данного метода испытания была не больше чем область самого высокого значения, измеренного в межлабораторной программе, и, по крайней мере, на $2R$ меньше, чем самый высокий достижимый результат.

4.3 Планирование пилотной (пробной) программы с участием не менее двух лабораторий

Пилотная программа необходима по следующим причинам:

- a) для проверки деталей при выполнении испытания;
- b) чтобы выяснить, насколько грамотно операторы могут следовать инструкциям по методу испытания;
- c) чтобы проверить меры предосторожности при обращении с пробами;
- d) чтобы провести предварительную оценку показателей прецизионности данного метода испытания.

Требуется не менее двух проб, охватывающих диапазон определяемых значений, для которых предназначен данный метод, однако, должно быть включено не менее 12 комбинаций лаборатория/проба. Каждую пробу испытывают дважды в каждой лаборатории в условиях повторяемости. Если в проекте метода испытания обнаруживаются какие-либо пропуски или неточности, их необходимо исправить. Результаты необходимо проанализировать в отношении отклонения (смещения) и прецизионности; если выявлены слишком большие нарушения, то необходимо рассмотреть изменения к методу испытания.

4.4 Планирование межлабораторной программы

В испытаниях должно участвовать не менее пяти лабораторий, но предпочтительно, чтобы участниц было больше, чтобы сократить число требуемых проб.

Число проб должно быть достаточным, чтобы охватить диапазон уровней измеряемого свойства приблизительно через равноотстоящие интервалы и придать надежность оценкам прецизионности. Если обнаружено, что прецизионность изменяется в зависимости от уровня значений результатов, полученных в пилотной программе, то в межлабораторной программе должно использоваться не менее пяти проб. В любом случае необходимо получить не менее 30 степеней свободы как для повторяемости, так и для воспроизводимости. Для повторяемости это означает получение в итоге не менее 30 пар результатов в программе.

Для воспроизводимости в Таблице А.1 приведено минимальное число требуемых проб в зависимости от L , P и Q , где L число лабораторий-участниц, P и Q отношение оценок составляющих (компонент) дисперсии, полученных в пилотной программе. При этом P – отношение компоненты, обусловленной взаимодействием к компоненте по дублям, а Q – отношение лабораторной компоненты к компоненте по дублям. В Приложении В приведены формулы, использованные при составлении Таблицы А.1. Если Q значительно больше P , то 30-ти степеней свободы для дисперсии получить невозможно; отсутствие записи в Таблице А.1 соответствует или приближается, к этой ситуации (т.е. требуется более 20 проб). Для таких случаев вероятны значительные расхождения между лабораториями.

4.5 Выполнение межлабораторной программы

За выполнение всей программы должен отвечать один человек, от момента распределения документа на метод испытания и проб до окончательной оценки результатов. Он должен быть знаком с методом испытания, но не должен сам принимать участие в испытаниях.

Документ с описанием метода испытания должен быть передан всем лабораториям заблаговременно, чтобы было время на решение возникших вопросов до начала испытаний. Если какая-либо из лабораторий пожелает попрактиковаться в данном методе испытания заранее, она должна осуществлять это на других пробах, а не тех, которые будут использовать в программе.

Пробы должны быть складированы, разделены на части и распределены организатором, который должен хранить резервное количество пробы для непредвиденных случаев. Самое главное, чтобы

порции для каждой лаборатории были однородны. Они должны быть закодированы до распределения и сопровождаться следующей информацией:

- a) согласованный проект документа на метод испытания;
- b) инструкции по обращению и хранению проб;
- c) порядок, в котором пробы необходимо испытывать (для каждой лаборатории случайный порядок различен);
- d) указание о том, что два результата должны быть получены последовательно на каждой испытываемой пробе одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании. По статистическим причинам крайне важно, чтобы эти два результата получали независимо друг от друга, т.е. чтобы на второй результат не влияло знание первого результата. Если это считается невыполнимым для указанного оператора, то пары результатов должны быть получены в режиме слепого кодирования, но обеспечить получение их в короткий промежуток времени;
- e) период времени, в ходе которого необходимо получить повторные результаты, и период времени, в течение которого все пробы должны быть испытаны;
- f) форма протокола для записи результатов. Для каждой пробы должно быть предусмотрено место для внесения даты выполнения испытания, двух результатов и комментариев по любым необычным обстоятельствам. Необходимо указать число значащих цифр в отчете о результатах испытаний;
- g) указание, что испытание должно выполняться в нормальных условиях с помощью операторов, имеющих достаточный опыт, но не обязательно исключительные знания, и чтобы продолжительность испытания была такой же как обычно.

Операторы, выполнявшие пилотную программу, могут принять участие и в межлабораторной программе. Если их дополнительный опыт в испытаниях большего (дополнительного) числа проб оказывает заметное влияние, это должно послужить предупреждением, что метод испытания неудовлетворительный. Такие операторы должны быть идентифицированы в протоколе испытаний для того, чтобы любой эффект можно было обнаружить.

5 Исследование результатов межлабораторных испытаний с целью проверки однородности и выявления выбросов

5.1 Общие положения

В 5.2 – 5.7 установлены процедуры исследования результатов, сообщенных в статистически обоснованной межлабораторной программе (см. Раздел 4), для выявления следующего:

- a) независимость или зависимость показателей прецизионности от уровня результатов испытаний;
- b) однородность показателей прецизионности для всех лабораторий;
- c) присутствие выбросов аномальных результатов.

Процедуры описаны в математических терминах, основанных на системе обозначений Приложения С и проиллюстрированных со ссылкой на экспериментальные данные (пример расчет бромного числа) в Приложении D.

В 5.2 – 5.7 (и в Разделе 6) используемые процедуры сначала устанавливаются, а затем иллюстрируются примером с решением на основе данных Приложения D.

В данном разделе предполагается, что все результаты имеют либо простое нормальное распределение, либо могут быть преобразованы в такое распределение (см. 5.2). Другие случаи (которые редки) требуют иной обработки, которая выходит за рамки данного международного стандарта. См. ссылку [8] в отношении статистической оценки на нормальность.

Хотя показанные здесь процедуры даны в форме, удобной для расчетов вручную, настоятельно рекомендуется использовать электронную вычислительную машину с соответствующей валидированной программой для хранения и анализа результатов межлабораторного испытания, основанного на процедурах данного международного стандарта (см., например, Ссылку [9]).

5.2 Преобразование данных

5.2.1 Общие положения

Показатели прецизионности многих методов испытаний зависят от уровня (результатов) испытаний, и, таким образом, изменчивость сообщенных результатов различается при переходе от пробы к пробе. Метод исследования выбросов, описанный в данном международном стандарте, требует, чтобы это было не так, и чтобы такое положение, если необходимо, было исправлено путем преобразования.

Стандартные (среднеквадратические) отклонения лабораторий, D_j , стандартные (среднеквадратические) отклонения для дублей, d_j , для j -й пробы рассчитывают и строят на график зависимости их от средних значений по пробе, m_j . Если через нанесенные таким образом на график точки можно провести две линии, параллельные оси значений m , тогда преобразование не требуется. Однако если через нанесенные точки можно построить непараллельные оси значений m прямые линии или кривые, которые могут быть описаны зависимостями $D = f_1(m)$ и $d = f_2(m)$, то требуется вводить преобразование.

Зависимости $D = f_1(m)$ и $d = f_2(m)$, в общем, не идентичны. Однако статистические процедуры данного международного стандарта требуют, чтобы одно и то же преобразование применялось и для повторяемости и для воспроизводимости. По этой причине обе зависимости объединяют в одну зависимость $D = f(m)$ (где D теперь включает и d) путем включения фиктивной переменной, T . При этом учитывается различие между зависимостями, если таковое существует, и обеспечивается возможность выявления данного различия (см. Раздел F.1).

Единую зависимость $D = f(m)$ наилучшим образом оценивают методом взвешенного линейного регрессионного анализа, даже если в большинстве случаев не взвешенная регрессия дает удовлетворительное приближение. Вывод весовых функций описан в разделе F.2, и процедура расчетов для регрессионного анализа описана в разделе F.3. Типичные формы зависимости $D = f(m)$ приведены в Разделе E.1. Все они выражены в терминах параметров преобразования B и B_0 .

Оценка B и B_0 и последующая процедура преобразования суммированы в разделе E.2. Сюда включены статистические испытания значимости регрессии (т.е. является ли зависимость $D = f(m)$ параллельной оси m) и значимости различия между зависимостями для повторяемости и воспроизводимости при 5 %-ном уровне значимости. Если такое различие обнаружено или не существует подходящее преобразование, тогда следует использовать альтернативные процедуры "проба за пробой", описанные в ISO 5725-2. В этом случае невозможно выполнить испытание с целью выявления систематического смещения лаборатории по всем пробам (см. 5.6) или отдельно оценивать компоненту дисперсии по взаимодействию (см. 6.2).

Если на 5 %-ном уровне значимости показано, что значимая регрессия формы $D = f(m)$ существует, то соответствующее преобразование $y = F(x)$, где x – сообщенный результат, задается уравнением:

$$F(x) = K \int \frac{dx}{f(x)} \tag{2}$$

где K – константа. В этом случае все результаты должны быть преобразованы соответствующим образом, а остальная часть анализа осуществляться в терминах преобразованных результатов. Типичные преобразования приведены в Раздел E.1.

Сложно сделать выбор преобразования предметом формализованных правил. В конкретных случаях может потребоваться помощь квалифицированного статистика. Наличие выбросов может повлиять на правильность решения о выборе типа преобразования (см. 5.7).

5.2.2 Пример с решением

В Таблице 1 перечислены значения m , D и d для восьми проб в примере, приведенном в Приложении D, округленных до трех значащих цифр. Соответствующие числа степеней свободы даны в скобках.

Таблица 1

Номер пробы	3	8	1	4	5	6	2	7
m	0,756	1,22	2,15	3,64	10,9	48,2	65,4	114
D	0,066 9 (14)	0,159 (9)	0,729 (8)	0,211 (11)	0,291 (9)	1,50 (9)	2,22 (9)	2,93 (9)
d	0,050 0 (9)	0,057 2 (9)	0,127 (9)	0,116 (9)	0,094 3 (9)	0,527 (9)	0,818 (9)	0,935 (9)

Проверка цифр в Таблице 1 показывает увеличение как D , так и d по мере роста m , причем скоростью возрастания падает по мере увеличения m . График зависимости этих величин в логарифмических координатах (то есть график зависимости $\log D$ и $\log d$ от $\log m$) показывает, что эти точки можно обоснованно рассматривать как лежащие на двух прямых линиях (см. Рисунок F.1). Из примера с расчетом, приведенного в Разделе F.4, видно, что градиенты этих линий одинаковы и оцениваются значением 0,638. Учитывая ошибки в оценке этого значения, для удобства можно применять градиент равным $2/3$.

Следовательно, одно и то же преобразование предназначено для повторяемости и для воспроизводимости и задается уравнением:

$$\int x^{-2/3} dx = 3x^{1/3} \quad (3)$$

Поскольку постоянным множителем можно пренебречь, преобразование, таким образом, сводят к извлечению кубического корня из сообщенных результатов (бромных чисел). Эта процедура дает преобразованные данные, показанные в Таблице D.2, в которой результат после извлечения кубического корня приводятся с точностью до третьего знака после запятой.

5.3 Выявление аномальных результатов (выбросов)

5.3.1 Общие положения

Сообщенные данные, или если принято решение о необходимости преобразования, преобразованные результаты, должны проверяться на аномальные результаты (выбросы). Это такие значения, которые настолько отличаются от остальных данных, что можно сделать единственное заключение, что эти данные получились в результате некоторой ошибки при применении метода испытания или испытания по ошибке другой пробы. Можно использовать различные приемы и менять соответствующие уровни значимости, но те, которые приведены ниже, считаются подходящими для настоящего международного стандарта. Эти испытания выбросов основаны на предположении о нормальном распределении погрешностей (см. 5.1).

5.3.2 Однородность данных, используемых для определения повторяемости

5.3.2.1 Общие положения

Первое испытание для выявления выбросов касается обнаружения противоречивых данных в парах результатов, полученных при дублировании испытания. Это испытание^[1] включает расчет e^2_{ij} для всех комбинаций лаборатория/проба. Далее для испытания отношения наибольшего из значений e^2_{ij} к их