

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ  
И МЕТРОЛОГИИ (РОССТАНДАРТ)

ФГУП “РОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ИНФОРМАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И ОЦЕНКЕ СООТВЕТСТВИЯ”  
(ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”)

Per. № 9124

**Методика определения прецизионности стандартных  
методов испытаний в резиновой промышленности и  
промышленности технического углерода**

*Standard Practice for Evaluating Precision for Test Method Standards in the Rubber and Carbon Black  
Manufacturing Industries*

**ЗАРЕГИСТРИРОВАНО**

Федеральное агентство по  
техническому регулированию  
и метрологии

**ФГУП “СТАНДАРТИНФОРМ”**

Номер регистрации: 9124/ASTM D

Дата регистрации: 16.02.2017

Обозначение стандарта

**ASTM D4483-14a на русском языке**

Организация: ПК 6 ТК 160

Переводчик: ПК 6 ТК 160

Редактор: ПК 6 ТК 160

Кол-во стр. перевода: 79

Дата сдачи перевода: 14.02.2017

**Перевод аутентичен  
оригиналу**

**Москва  
2017 г.**



## Методика определения прецизионности стандартных методов испытаний в резиновой промышленности и промышленности технического углерода <sup>1</sup>

Настоящий стандарт издаётся под постоянным номером D4483; число, следующее за номером, указывает год первоначального принятия или, если стандарт пересматривался, год последнего пересмотра. Число в скобках указывает год последнего утверждения. Наличие буквы "эпсилон" ( $\epsilon$ ) указывает на редакционное изменение со времени последнего пересмотра или утверждения.

### Введение

Базовым стандартом по определению прецизионности методов испытаний ASTM является методика стандарта E691, включающая описание фундаментальной статистической концепции и алгоритмов вычисления для определения сходимости и воспроизводимости. Однако некоторые разделы методики стандарта E691 не соответствуют требованиям к определению прецизионности методов испытаний, существующих в резиновой промышленности и промышленности технического углерода в течение последних четырёх десятилетий. Для этих двух отраслей промышленности требуется отдельная методика определения прецизионности методов испытаний. Настоящий стандарт издан как специализированная версия методики стандарта D4483, применяемой комитетом D11 для оценки прецизионности с 1985 года. Алгоритмы вычисления, одинаковые для базовой методики стандарта D4483 и методики стандарта E691, не изменены. Данная методика стандарта D4483, подготовленная с учётом требований резиновой промышленности и промышленности технического углерода, включает три новые методологии, позволяющие проводить более правильный структурный анализ данных, полученных в ходе выполнения программ межлабораторных испытаний (ИТР).

Методика в новой редакции, во-первых, позволяет решить существующие на протяжении нескольких десятилетий проблемы оценки прецизионности, заключающиеся в том, что воспроизводимость многих методов испытаний часто оказывается довольно низкой. Опыт показал, что низкая воспроизводимость часто обусловлена тем, что некоторые лаборатории представляют результаты испытаний, которые отличаются от хорошо согласующихся данных других лабораторий. Новая процедура, разработанная как робастный (устойчивый к нежелательным воздействиям) анализ, включает усовершенствованный метод детектирования резко отклоняющихся значений, являющихся причиной низкой прецизионности и, в частности, низкого межлабораторного соответствия. Во-вторых, в пересмотренном стандарте предложено два варианта обработки выявляемых резко отклоняющихся значений: 1) исключение резко отклоняющихся значений; 2) замена резко отклоняющихся значений. Новая методика позволяет сохранить согласующиеся лабораторные данные после исключения резко отклоняющихся значений, что обеспечивает более широкую базу данных для вычисления прецизионности. Текущая компьютерная программа вычисления прецизионности, которой располагает Комитет D11 ASTM, не рассчитана на такую технику исключения резко отклоняющихся значений. В-третьих, для второго варианта обработки резко отклоняющихся значений в стандарте предусмотрена процедура вычисления специальных значений, подставляемых вместо исключённых резко отклоняющихся значений, когда в ИТР участвует небольшое число лабораторий. Подстановочные значения вычисляются методом, который даёт возможность сохранить характер распределения согласующихся данных. Этот фактор важен, т.к. многие ИТР отнесены к категории, *предусматривающей участие ограниченного числа лабораторий*.

---

<sup>1</sup> Данная методика находится в ведении Комитета D11 по резине Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM) и в непосредственном ведении Подкомитета D11.16 по применению статистических методов.



Настоящее издание утверждено 1 мая 2014 года. Опубликовано в мае 2014. Первоначально стандарт был издан в 1985 году. Последнее предыдущее издание было утверждено в 2014 году под номером D4483 – 14. Буквенно-цифровой идентификатор настоящего стандарта (DOI): 10.1520/D4483-14A.

## 1 Область применения

1.1 Данная методика распространяется на определение прецизионности и служит руководством при выполнении программ межлабораторных испытаний (ИТР), проводимых для оценки прецизионности методов испытаний, используемых в резиновой промышленности и промышленности технического углерода. В настоящей методике использованы базовые алгоритмы вычисления, требуемые для однофакторного дисперсионного анализа, которые применяются в методике стандарта E691. Определение отклонения не описано в данной методике, но этот показатель является значимым понятием в формировании общего представления об оценке прецизионности.

1.2 Настоящая методика применима к методам испытаний, результаты которых выражают в виде количественных непрерывных переменных. Она предназначена, большей частью, для полностью разработанных методов испытаний, используемых в повседневной работе в ряде лабораторий, хотя могут быть исключения.

1.3 Включены два метода определения прецизионности, описанные как робастные статистические процедуры, предназначенные для исключения или значительного понижения влияния резко отклоняющихся значений. Первая процедура, служащая для определения так называемой *обычной прецизионности*, общепринята для всех методов испытаний, используемых в резиновой промышленности. Вторая процедура – модифицированный вариант процедуры определения *обычной прецизионности*. Она названа процедурой оценки *специальной прецизионности* и разработана непосредственно для определения *прецизионности* методов испытаний технического углерода. Обе процедуры базируются на одинаковом плане эксперимента с однородными уровнями, а также использовании статистических показателей Мандела (Mandel)  $h$  и  $k$  для анализа базы данных по *прецизионности* с целью выявления резко отклоняющихся значений. Различие между процедурами заключается в небольших модификациях техники исключения несогласующихся данных как резко отклоняющихся значений. В рамках процедуры определения *специальной прецизионности* установлено специфическое число результатов испытаний в условиях повторяемости на ячейку базы данных или комбинацию “*материал – лаборатория*”.

### 1.4 Содержание методики по разделам

	Раздел
Область применения	1
Нормативные ссылки	2
Терминология	3
Назначение и применение	4
Оценка прецизионности – Обычная и специальная прецизионность	5
Этапы организации программ межлабораторных испытаний (ИТР)	6
Описание процедуры анализа обычной прецизионности	7
Анализ обычной прецизионности – Этап 1	8
Предварительный анализ графических данных	8.1
Вычисление прецизионности на основе исходной базы данных	8.2
Выявление резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости с использованием статистических показателей $k$ и $h$	8.3
Формирование пересмотренной базы данных (R1) путём обработки резко отклоняющихся значений по методологии 1 или 2	8.4
Анализ обычной прецизионности – Этап 2	9
Вычисление прецизионности на основе пересмотренной базы данных R1	9.1
Выявление резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости при использовании статистических показателей $k$ и $h$	9.1
Формирование пересмотренной базы данных (R2), путём обработки резко отклоняющихся значений по методологии 1 или 2	9.1.2
Анализ обычной прецизионности – Этап 3	10
Вычисление параметров прецизионности на основе пересмотренной базы данных R2	10.1
Анализ специальной прецизионности – Испытание технического углерода	11
Формат таблицы и раздела по прецизионности в стандартах по методам испытаний	12
Составление протокола по анализу прецизионности	13
Описание терминов в области прецизионности и испытаний	Приложение A1
Статистическая модель для программ межлабораторных испытаний	Приложение A2
Вычисление статистических показателей $h$ и $k$ , являющихся критерием согласованности данных, для исключения резко отклоняющихся значений	Приложение A3



Формулы табличных вычислений, формат таблицы и последовательность вычисления  
Процедура вычисления значений, используемых взамен исключённых резко отклоняющихся значений

Приложение A4  
Приложение A5

Пример оценки обычной прецизионности – Метод определения вязкости по Муни

Приложение A6

1.5 Основной текст данной методики дополнен шестью приложениями. Приложения A1 и A2 включены, главным образом, в качестве основополагающей информации для углубления понимания оценки прецизионности методов испытаний. Приложения A3, A4 и A5 содержат подробные инструкции и процедуры вычислений, требуемых для выполнения операций, указанных в разных разделах методики. Такая информационная ёмкость приложений позволяет сократить разделы основного текста методики и выбрать более удобный формат описания основных концепций оценки прецизионности для упрощения их понимания. В Приложении A6 дан полный пример определения прецизионности, иллюстрирующий все процедуры и варианты, которые могут находить применение и в простых и более сложных процедурах оценки прецизионности.

1.6 *Настоящий стандарт не имеет цели рассмотрения всех вопросов безопасности, связанных с его применением, если таковые имеются. Пользователь настоящего стандарта должен предварительно установить надлежащие меры обеспечения безопасности и охраны труда, а также определить применимость нормативных ограничений.*

## 2 Нормативные ссылки

### 2.1 Стандарты ASTM:<sup>2</sup>

D1646	Методы испытания резины – Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации (вискозиметр Муни).
D6600	Методика оценки чувствительности критерия для методов испытания резины.
E691	Методика проведения межлабораторного исследования для определения прецизионности метода испытания.

### 2.2 Стандарт ISO:<sup>3</sup>

ISO 289	Определение вязкости натурального и синтетического каучуков с помощью сдвигового дискового вискозиметра
---------	---

## 3 Терминология

3.1 Большая часть специфических терминов описана не в алфавитном порядке, а в систематизированной логической последовательности от простого понятия к сложному понятию. Такой подход позволяет использовать предварительно описанные простые термины в однозначных определениях более сложных понятий.

3.1.1 Раздел по терминологии содержит пояснения по многим определениям и по связи, существующей между некоторыми терминами и аспектами их применения в области испытаний и оценки точности. Описание некоторых терминов дано в основном тексте методики в ходе обсуждения определённых концепций прецизионности, чтобы подчеркнуть особое значение каких-либо факторов.

3.1.2 Приложение A1, как часть данной методики, включает (1) новые более полные определения, составленные с включением важной обучающей информации; (2) дополнительные определения, упрощающие понимание концепции прецизионности.

### 3.2 Термины в области испытаний

3.2.1 *Сбалансированный план эксперимента с однородными уровнями* – план выполнения программы межлабораторных испытаний по определению прецизионности, в соответствии с которым все лаборатории проводят испытания всех выбранных для программы материалов, причём каждая лаборатория выполняет одинаковое число повторных испытаний каждого материала

<sup>2</sup> Стандарты ASTM, на которые дана ссылка, можно запросить на Web-сайте ASTM ([www.astm.org](http://www.astm.org)) или через службу оказания услуг потребителям ([service@astm.org](mailto:service@astm.org)). Номера томов Ежегодника стандартов ASTM указаны на странице сводных данных по этим стандартам на Web-сайте ASTM.



<sup>3</sup> Запрашивают в Международной организации по стандартизации (ISO): 1, ch. de la Voie-Creuse, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland; <http://www.iso.ch>.

3.2.2 *Элемент* – объект, испытываемый/подвергаемый наблюдению для оценки свойства/характеристики. Это может быть один объект из группы объектов (испытываемых образцов и т.п.) или часть массы (объёма) материала.

3.2.2.1 *Комментарий* – Исходный термин *элемент* имеет много синонимов: испытываемый образец, испытываемая выборка, часть, аликвотная часть, подвыборка, лабораторный образец.

3.2.3 *Класс элемента (или класс элементов)* – категория или описательное название группы объектов, характеризующихся общим происхождением или номинально идентичными свойствами.

3.2.3.1 *Комментарий* – Термин *номинально идентичные* подразумевает, что объекты получены из источника, по возможности однородного применительно к определяемому свойству.

3.2.4 *Результат испытания* – значение характеристики, полученное путём выполнения определённого метода испытания.

3.2.4.1 *Комментарий* – В методе испытания должно быть установлено число (одно или несколько) отдельных измерений/определений/наблюдений, подлежащих выполнению, а также указано, что следует принять за результат испытания: среднее/медианное/любое другое значение, вычисленное по результатам отдельных измерений/определений/наблюдений.

3.2.5 *База проведения испытания* – место и условия проведения испытания. Включает описание подготовки объекта (испытываемой выборки, образца для испытания), используемых приборов (калибровка, регулирование, настройка) и окружающей среды с указанием специалистов, выбранных для проведения испытаний.

3.2.5.1 *Расширенная база проведения испытания* – база, включающая две или большее количество внутренних/международных лабораторий (участков), которые обычно проводят испытания материалов для производителей/потребителей и приёмочные испытания, а также участвуют в программах межлабораторных испытаний.

3.2.5.2 *Локальная база проведения испытания* – база, включающая одну лабораторию (участок), которая обычно занимается контролем качества и участвует во внутренних программах разработки или оценки материалов.

### 3.3 *Термины в области материалов и отбора проб*

3.3.1 *Независимые испытания* – серия измерений (или определений) на основе определённой базы выполнения испытаний, характеризующаяся тем, что процесс любого выбранного измерения не оказывает влияние на процесс какого-либо другого измерения из этой серии.

3.3.1.1 *Комментарий* – Слово *независимый* используется в данной методике как определение для обозначения понятия независимости применительно к выборкам, испытываемым образцам и т.д., а также испытаниям.

3.3.2 *Партия* – Определённая масса/объём материала или определённое число объектов. Партию обычно производят на основе определённого процесса, часто с допустимым диапазоном изменения состава/свойства.

3.3.2.1 *Комментарий* – Партия может быть произведена при использовании типового технологического процесса (или какого-либо природного процесса) в течение ограниченного периода времени. Партия, обычно, бывает определённого объёма или включает определённое число изделий. Она может составлять дробную долю совокупности (см. толкование 2, касающееся совокупности, в Приложении A1). Под допустимым диапазоном изменения свойства подразумевается наличие определённой грубой аппроксимации.

3.3.3 *Материал* – специфический объект или класс элементов, подлежащий испытанию. Материал обычно бывает в объёмной форме (твёрдой, порошкообразной, жидкой).

3.3.3.1 *Комментарий* – Материал – общий термин, используемый для описания *класса элементов*, который подлежит испытанию. Материалом может быть резина, резиновая смесь, технический углерод, химическое вещество для резиновых смесей и т.п. Материал может быть или не быть однородным. В испытаниях продуктов термин “материал” может применяться для описания *класса элементов* или типа резиновых изделий, таких как уплотнительные кольца, шланги, подвески для двигателя и т.п. по 5.1.4.1.



3.3.4 *Выборка (данные)* – число значений ( $n = 1, 2, 3$  и т. д.), полученных в результате испытания или измерения с использованием (одной или большего количества) физических выборок, выполненного специальным методом испытания (измерения).

3.3.5 *Выборка (физическая)* – число элементов или определённая масса материала, отобранных по специальной методике и используемых для оценки характеристик материала, партии, совокупности.

3.3.5.1 *Комментарий* – Термин *выборка* не должен использоваться в качестве синонима терминов *материал* по 3.3.3 и *целевой материал* по 5.1.4.1. При проведении ИТР, как правило, испытывают несколько материалов, отличающихся друг от друга по химической природе, структуре и свойствам. Из каждого материала берут некоторое число (номинально идентичных) *выборок* для испытания по 3.3.4.

3.3.6 *Испытываемая выборка* – часть (физической) выборки любого типа, взятая для химического/другого аналитического испытания, проводимого, как правило, с использованием установленной процедуры смешения или выполнением других требований.

3.3.6.1 *Комментарий* – Испытываемая выборка, обычно, представляет собой массу/объём, составляющие некоторую небольшую часть материала в объёме.

3.3.7 *Испытываемый образец* – объект (определённой формы и подготовленный надлежащим образом), взятый из выборки для физического/механического испытания.

3.3.7.1 *Комментарий* – Существуют другие названия испытываемого образца: испытываемая часть, испытываемое изделие, образец для испытания (стандарты ISO).

### 3.4 *Статистические термины в области прецизионности*

3.4.1 *Вычисленное (истинное или опорное) среднее значение,  $n$*  – среднее значение, полученное на основе независимых дублирующих измерений ( $n$ ). Чем больше  $n$ , тем выше приближение к истинному/опорному среднему значению при условии отсутствия систематической ошибки или отклонения.

3.4.1.1 *Комментарий* – Термины *среднее значение* и *вычисленное среднее значение* являются часто используемыми синонимами термина *вычисленное (истинное или опорное) среднее значение*. В программах типовых стандартных испытаний значение  $n$ , как правило, находится в пределах от 1 до 10. Если отклонение есть, вычисленное (истинное или опорное) среднее значение составляет  $[\mu + \Sigma Bi]$ , где  $\mu$  – истинное или опорное среднее значение;  $\Sigma Bi$  – алгебраическая сумма всех составляющих систематического отклонения. Таким образом, если отклонение есть, но его величина неизвестна, истинное значение или  $\mu$  нельзя аппроксимировать, несмотря на увеличение реплик. Описания случайного и систематического отклонений даны в A1.2.5 и A1.2.6, а также Приложении A2.

3.4.2 *Резко отклоняющееся значение* – значение из набора данных, не согласующееся с остальными значениями этого набора данных.

3.4.3 *Опорное значение* – значение (обычно среднее), получаемое по общепризнанной методике и используемое как истинное значение.

3.4.3.1 *Комментарий* – Опорные значения используют, когда нет возможности или очень сложно определить истинное значение. Такие значения, чаще всего, определяют на основе результатов комплексных программ испытания, санкционированных местной/международной целевой группой, органом стандартизации или национальным/международным комитетом по метрологии.

3.4.4 *Реплика* – одна из независимых дробных долей или один из независимых элементов из числа, взятых из выборки. Каждую дробную долю/элемент подвергают испытанию.

3.4.4.1 *Комментарий* – Термин *реплика* распространяется на физический объект (элемент). Он может также использоваться применительно к набору данных. В этом случае он имеет отношение к одному из значений из серии независимых данных.

3.4.5 *Истинное значение* – значение, измеряемое/определяемое для объекта, которое может быть получено на основе базы проведения испытания в отсутствии ошибок, отклонений или изменчивости любого типа, т.е. в условиях отсутствия *комплекса причин изменчивости*.

3.4.5.1 *Комментарий* – По другой формулировке *истинное значение* представляет собой среднее, которое может быть получено путём испытания всех объектов любой совокупности (Приложение A1). Типичными комплексами причин изменчивости являются неустраняемые колебания, связанные с температурой/влажностью, уровнем подготовки операторов, прецизионностью калибровки и т.п. в условиях контролируемой базы проведения испытаний.





3.5 *Определения*: В некоторых нижепредставленных определениях используется термин *коэффициент качества (добротность)*. Высокий коэффициент качества свидетельствует о высоком качестве или высоком уровне добротности измерения или базы проведения испытания, либо того и другого. Термин *коэффициент качества* применим к таким характеристикам методов испытаний, как прецизионность, чувствительность, отклонение, пригодный диапазон, приспособленность к использованию в неблагоприятных условиях, лёгкость выполнения, ускоренное или автоматическое выполнение.

3.5.1 *Прецизионность* – показатель качества метода. Она пропорциональна обратной величине дисперсии значений, полученных при проведении независимых повторных испытаний/наблюдений, которую определяют путём вычисления среднеквадратического отклонения, для конкретного класса объектов или определённой базы проведения испытаний.

3.5.1.1 *Комментарий* – Качество метода испытания зависит от его прецизионности. Высокое качество метода свидетельствует о его высокой прецизионности. Однако стало общепринятой практикой выражать прецизионность в виде дисперсии значений, полученных при проведении повторных испытаний, т.е. путём вычисления среднеквадратического отклонения, которое, фактически, является критерием неточности. По этой причине в формулировке определения речь идёт о величине, обратной среднеквадратическому отклонению. На прецизионность могут оказывать влияние и случайные и систематические отклонения, зависящие от конкретной базы проведения испытаний. Существуют другие принципы оценки качества методов испытаний, одним из которых является определение чувствительности метода испытания, представляющей собой отношение величины изменения измерения в зависимости от изменения определяемого свойства к прецизионности или точности измерения, либо к тому и другому. Определение чувствительности методов испытаний подробно описано в стандарте D6600.

3.5.2 *Относительная сходимость, (r)*, – сходимость, выраженная в виде интервала (кратного среднеквадратическому отклонению), т.е. в процентах от среднего уровня определяемого свойства. Интервал должен включать (на основе 95%-ной вероятности) выраженные в % результаты независимых повторных испытаний, полученные в условиях локальной испытательной базы.

3.5.3 *Относительная воспроизводимость, (R)*, – воспроизводимость, выраженная в виде интервала (кратного среднеквадратическому отклонению), т.е. в % от среднего уровня определяемого свойства. Интервал должен включать (на основе 95%-ной вероятности) выраженные в % результаты повторных независимых испытаний, каждый из которых был получен в разных лабораториях, составляющих определённую расширенную испытательную базу.

3.5.4 *Сходимость, r*, – прецизионность в условиях определённой локальной испытательной базы, установленная путём проведения  $n$ -ного числа независимых повторных испытаний (номинально идентичных объектов) и выраженная в виде интервала (диапазона), который является кратным среднеквадратическому отклонению. Этот интервал (на основе 95%-ной вероятности) должен включать результаты независимых повторных испытаний, полученные в условиях локальной испытательной базы.

3.5.4.1 *Комментарий* – Под локальной базой проведения испытаний подразумевается одна лаборатория, в которой один оператор выполняет повторяющиеся испытания при использовании, как правило, одного прибора через установленный период времени. Термин *номинально идентичные объекты* означает, что *объекты* получены из однородного источника с выполнением всех надлежащих мер, требуемых для исключения изменений внутри источника в процессе производства. Сходимость может зависеть от величины/уровня определяемого свойства и обычно указывается для конкретных уровней свойства, материалов или классов объектов, отражающих уровень характеристики. Период времени между повторяющимися испытаниями, проводимыми для оценки сходимости, может составлять минуты, часы, дни в зависимости от целей и области выполнения испытаний.

3.5.4.2 *Комментарий* – Хотя сходимость, как она сформулирована в 3.5.4, применима к локальной испытательной базе, её можно определить по двум разным методологиям и использовать в двух разных контекстах. Сходимость может быть общей для группы лабораторий, если она определена как среднее значение по результатам испытаний в разных лабораториях ( $N$ ), принимавших участие в ИТР. Такая общая сходимость применима к любой типичной лаборатории, являющейся представителем всех лабораторий, составляющих расширенную базу проведения испытаний. Сходимость может быть также определена только для конкретной лаборатории как значение, установленное по результатам



долгосрочных испытаний, проведённых в этой лаборатории и не связанных с ИТР. Во втором случае имеет место локальная сходимости, т.е. сходимости, определенная в одной лаборатории и распространяющаяся только на неё.

3.5.5 *Воспроизводимость,  $R$* , – прецизионность в условиях определённой расширенной испытательной базы, установленная путём проведения независимых повторных испытаний номинально идентичных объектов в  $N$ -ном числе лабораторий ( $n$ -ное число повторных испытаний в каждой лаборатории) и выраженная в виде интервала/диапазона, который является кратным среднеквадратическому отклонению. Этот интервал (на основе 95%-ной вероятности) должен включать результаты повторяющихся испытаний, полученные в разных лабораториях, составляющих конкретную расширенную испытательную базу.

3.5.5.1 *Комментарий* – Каждая лаборатория расширенной испытательной базы проводит определённое число испытаний ( $n$ ) материала (целевого материала) для оценки сходимости. Воспроизводимость определяют по средним значениям, полученным при испытании материала или класса объектов в определённом числе ( $N$ ) лабораторий. Поскольку воспроизводимость может зависеть от уровня определяемого свойства или от испытываемых материалов, её обычно указывают для конкретных уровней свойств или материалов. В отличие от сходимости, воспроизводимость, как правило, интерпретируют однозначно и используют в одном контексте, т.к. это – групповая характеристика, применимая только к лабораториям, составляющим конкретную расширенную испытательную базу.

3.5.5.2 *Комментарий* – Прецизионность может быть относительной, т.е. выраженной в процентах от определённого среднего значения. Это аналогично коэффициенту изменчивости. Относительное выражение прецизионности применимо, в частности, в тех случаях, когда прецизионность изменяется в зависимости от уровня оцениваемого свойства. Выраженная таким образом относительная прецизионность, чаще всего, остаётся практически постоянной. Относительную прецизионность представляют, заключая обозначения сходимости/воспроизводимости в скобки, чтобы не путать её с характеристиками, выражаемыми в процентах (например, содержание меди в процентах, удлинение в процентах и т.п.).

3.6 Описание дополнительных терминов по некоторым типам прецизионности дано в 5.1. Определения терминов, представленные в Разделе 5 и связанные с природой испытываемых материалов, способствуют расширению понимания концепции прецизионности.

## 4 Назначение и применение

4.1 Результаты испытаний материалов стандартными методами служат основой для принятия решений по коммерческим, техническим и научным вопросам. Отсюда следует, что прецизионность каждого отдельного метода испытания является важным критерием его технического качества и имеет большое значение для процесса принятия решений.

4.2 Оценку прецизионности какого-либо метода испытания, как правило, проводят (1) на базе выбранной группы материалов, обычно используемых в испытаниях по определённому методу, (2) с группой лабораторий, имеющих опыт в проведении испытаний по определённому методу и выразивших желание участвовать в программе. Программа оценки прецизионности метода включает график проведения испытаний, составленный по материалам и лабораториям. При проведении новой ИТР результаты оценки прецизионности этого же метода при использовании материалов, несущественно отличающихся от материалов первой ИТР, или даже тех же материалов с участием тех же лабораторий, но в другое время, могут отличаться от результатов предыдущей ИТР.

4.3 Как свидетельствуют публикации, на которые даны ссылки (1-4)<sup>4</sup>, и другие источники, опыт показал, что низкая межлабораторная воспроизводимость при выполнении типичной ИТР, почти всегда является следствием межлабораторного отклонения. Некоторые лаборатории постоянно представляют результаты испытаний, которые оказываются ниже/выше эталонных значений и значений, получаемых в других лабораториях. В настоящей методике эта проблема, характерная для многих ИТР, решена с помощью трёхэтапного робастного анализа (Раздел 7).

---

<sup>4</sup> Цифры в скобках, выделенные жирным шрифтом, обозначают номер материала, на который дана ссылка в перечне публикаций в конце настоящего стандарта.





4.4 Следует соблюдать осторожность, применяя результаты по прецизионности какого-либо метода к испытаниям, проводимым с целью приёма материалов производителями/потребителями. Процедуры приёма продуктов должны разрабатываться на основе данных по прецизионности, полученных в ходе выполнения специальных программ по определённому типу испытания, специфических для промышленных продуктов и лабораторий заинтересованных сторон.

## 5 Оценка прецизионности – Обычная и специальная прецизионность

5.1 *Обычная прецизионность* – Существует прецизионность двух типов: обычная прецизионность, обсуждаемая в данном разделе, и специальная прецизионность, описанная в Разделе 11. Обычную прецизионность определяют по методике, применяемой в резиновой промышленности в течение последних 40 лет. Оценку такой прецизионности, как правило, проводят согласно сбалансированному плану ИТР с одноуровневыми факторами при испытании трёх или большего количества материалов, рассылаемых лабораториям-участницам. В ходе выполнения программы получают *результат независимого испытания* в каждый из двух или большее число отведённых дней. Базу данных ИТР анализируют с целью выявления резко отклоняющихся значений, используя статистические показатели Мандела (Mandel)  $h$  и  $k$  по методике, описанной в Приложении А3.

### 5.1.1 *Варианты техники обработки резко отклоняющихся значений*

В отсутствие резко отклоняющихся значений исходную базу данных используют для формирования таблицы с результатами по прецизионности. Выявленные резко отклоняющиеся значения подлежат обработке по одной из двух методологий: исключение резко отклоняющихся значений (вариант 1); замена резко отклоняющихся значений (вариант 2). Второй вариант обработки резко отклоняющихся значений применим к ИТР, в которых участвует минимальное число лабораторий (порядка 6). Комитет, занимающийся организацией ИТР, по каждому конкретному испытанию рассматривает такие вопросы, как число результатов повторных испытаний на каждый отведённый день или число лаборантов/операторов, задействованных в процессе получения результата испытания, либо то и другое. Обработка резко отклоняющихся значений подробно описана в Приложениях А3 и А5.

5.1.2 *Типы методов испытаний* – Методику определения обычной прецизионности успешно применяют для оценки широкого спектра методов испытаний в резиновой промышленности: от простых физических/химических лабораторных испытаний, выполняемых за несколько минут, (методы определения твёрдости, pH) до сложных многоэтапных методов типа метода испытания на старение. Испытание на старение включает предварительное определение характеристики, выдержку материала в течение достаточно длительного времени для старения (дни) с последующим определением свойства, вычисление результата испытания или показателя качества. Реалистичная оценка прецизионности таких сложных испытаний должна включать весь порядок их проведения при получении результата; базовые данные, используемые в анализе прецизионности, и вычисление. Методика определения обычной прецизионности описана в Разделах 8 – 10.

5.1.3 *Типы обычной прецизионности* – Помимо испытания на старение, на который распространяется методика определения обычной прецизионности, существуют другие испытания, конечный результат которых получают путём обязательного выполнении сложной полной последовательности операций. Одним из значимых испытаний такого типа является испытание материалов (каучуков разного вида, усиливающих наполнителей и других ингредиентов) в стандартных резиновых смесях. Например, для типовой оценки деформационно-прочностных свойств выбранной партии каучука требуется (1) надлежащий образец каучука, (2) стандартный рецепт и процедура приготовления смеси из стандартных ингредиентов, (3) обработка смеси для приготовления вулканизированных формованных листов при выбранных значениях времени и температуры, (4) приготовление и измерение испытываемых образцов в виде гантели или другой формы, (5) проведение испытания с целью получения конечного результата по таким свойствам как растягивающее напряжение (модуль), удлинение и предел прочности при растяжении.

5.1.4 Для реалистичной оценки прецизионности метода испытания материала в резиновой смеси необходимо повторное выполнение всех стадий процесса, начиная от подготовки сырьевых материалов до получения конечного результата. Каждая из этих стадий имеет потенциальную компоненту дисперсии. Сумма всех компонент дисперсии создаёт общую дисперсию испытания и



среднеквадратическое отклонение. Рассмотрение этих вопросов связано с двумя типами прецизионности, которые характеризуются зависимостью между испытываемым материалом (или классом объектов) и материалом, непосредственно оцениваемым для определения прецизионности метода испытания. В описании типов прецизионности есть новый термин *целевой материал*, определение которого дано ниже.

5.1.4.1 *Целевой материал* – материал (или класс элементов), которому уделяется основное внимание в программе определения прецизионности метода испытания, но который может не подвергаться испытанию в своём обычном физическом состоянии.

5.1.5 Два типа прецизионности могут быть определены в случае проведения испытания с *целевым материалом*.

5.1.5.1 *Прецизионность Типа 1* – прецизионность, определённая непосредственно для целевого материала или при его использовании. Полностью приготовленные образцы или доли целевого материала, взятые из однородного источника, испытывают без обработки или каких-либо других операций, подлежащих выполнению до испытания.

5.1.5.1.1 *Комментарий* – В качестве примера может служить партия, состоящая из штампованных измеренных образцов в виде гантели, предназначенных для определения деформационно-прочностных свойств.

5.1.5.2 *Прецизионность Типа 2* – прецизионность, косвенно определённая для целевого материала. Целевой материал обычно смешивают с рядом однородных дополнительных ингредиентов для приготовления композиции, образцы которой испытывают, оценивая свойство целевого материала.

5.1.6 Характеристики композиции связаны непосредственно с качеством или свойствами целевого материала. Например, для определения качества БСК какой-либо марки образец каучука, вулканизирующие вещества, наполнитель, противостарители и другие ингредиенты смешивают с последующей вулканизацией и приготовлением испытываемых образцов. Полученную резиновую смесь подвергают испытанию для оценки требуемых свойств. Программа оценки прецизионности Типа 1 может быть проведена при использовании испытываемых образцов или частей, для которых требуется минимальная обработка или другие простые операции до проведения фактического испытания. В строгом смысле, при этом получают средний уровень точности, но во избежание излишней сложности такую точность обозначают как точность Типа 1.

5.2 *Специальная прецизионность* – В промышленности технического углерода утверждена незначительно модифицированная методика определения прецизионности, названной *специальной прецизионностью*. В каждой ячейке Таблицы (матрицы) плана эксперимента с однородным уровнем, выполняемого в рамках ИТР, каждый из двух операторов, проводящих испытание, указывает 4, 2 результата повторных испытаний. Анализ резко отклоняющихся значений выполняют по особой методологии, зависящей от количества лабораторий-участниц ИТР. Прецизионность (абсолютную или относительную) выражают по специфической методике. Методики определения *специальной прецизионности* описаны в Разделе 11.

## 6 Организация программы межлабораторных испытаний

6.1 Организация ИТР включает нижеописанные этапы.

6.1.1 *Организационный комитет* – Проведение ИТР начинается с формирования организационного комитета или целевой группы и назначения координатора программы. В комитет/группу включают специалиста в области статистики, который должен быть знаком с техникой выполнения метода испытания и содержанием данной методики. Большая часть ИТР базируется на сбалансированном плане эксперимента с одноуровневыми факторами.

6.1.2 *Категории и типы прецизионности* – Все ИТР, за исключением программ межлабораторных испытаний технического углерода, основаны на определении *обычной прецизионности*. В случае межлабораторных испытаний технического углерода организуют проведение ИТР с определением *специальной прецизионности*. Помимо прецизионности выбирают тип прецизионности (5.1.5). В большинстве случаев определяют прецизионность Типа 1. Для некоторых методов испытаний (например, для методов оценки каучука/полимера и других ингредиентов резиновых смесей при использовании среднеквадратического отклонения) требуется определение прецизионности Типа 2.

6.1.3 *Выбор числа лаборантов/операторов* – Для выполнения простых испытаний с целью оценки обычной прецизионности требуется только один лаборант (оператор). Все повторные испытания



проводит один и тот же лаборант, если программа не предусматривает оценку эффекта такого фактора, как выполнение испытания разными лаборантами. В более сложных испытаниях, когда несколько лаборантов заняты на разных этапах последовательных операций, одна и та же группа лаборантов повторно испытывает материалы, если программа не предусматривает оценку эффекта такого фактора, как выполнение испытания разными группами лаборантов.

6.1.3.1 При оценке *специальной прецизионности* испытание проводят по методике, предусматривающей участие двух лаборантов в каждый из двух дней проведения испытаний в соответствии с Разделом 11.

6.1.4 *Результат испытания и число повторных испытаний* – Проведение испытания по каждому методу связано с получением окончательного значения определяемого свойства, названного результатом испытания. Результатом испытания может быть среднее или медианное значение, вычисленное по результатам определённого числа отдельных определений, указанного в методе испытания. Для целей данной методики одна реплика принимается за результат испытания. Число результатов повторных испытаний,  $n$ , в каждой лаборатории при испытании любого материала должно быть указано. При выполнении большей части ИТР проводятся два повторных испытания. При проведении некоторых испытаний может быть выбрано 3 или 4 повторных испытания, как в случае оценки специальной прецизионности. Весь анализ осуществляется по результатам испытания.

6.1.5 *Интервал между испытаниями, проводимыми для оценки сходимости* – Устанавливают время между повторными испытаниями, проводимыми в любой лаборатории. Повторные испытания обычно выполняют с интервалом от 1 до 7 дней. Для некоторых специфических методов (продолжительное время старения) может потребоваться более длительный временной интервал. Для других специфических методов выбирают меньшие промежутки времени (минуты, часы). Решение принимают, главным образом, на основе анализа типичного применения метода испытания в промышленности. Выбранный временной интервал должен быть указан в разделе по прецизионности каждого метода испытания.

6.1.6 *Число целевых материалов* – Выбирают определённое число целевых материалов или классов объектов (либо произведённых продуктов), подлежащих испытанию. Предпочтительно испытание 3 или 4 материалов, между уровнями свойств которых существуют значительные различия. Целевые материалы должны представлять типовые промышленные материалы, как обычно используемые и подвергаемые испытанию по 5.1.

6.1.7 *Приготовление однородных целевых материалов* – Готовят однородную партию каждого целевого материала в количестве, достаточном для проведения повторного испытания в случае необходимости. Если применимо, перемешивают материал для достижения однородности. Если смешение неприменимо, по возможности высокую однородность материала (или выбора объектов) достигают с помощью специальных методик и тщательного контролируемых лабораторных и других подготовительных операций. Однородность материала должна быть подтверждена документацией. В качестве любых дополнительных ингредиентов, как в случае определения прецизионности Типа 2, используют стандартные эталонные материалы или однородные специальные партии, снабжённые соответствующей документацией.

6.1.8 *Число лабораторий* – Для надёжной оценки прецизионности метода испытания необходимо, чтобы конечная база данных ИТР (после обработки резко отклоняющихся значений) включала результаты, представленные не менее чем шестью лабораториями. В оценке более значимых промышленных методов должно участвовать 12–18 лабораторий. Анализ можно провести и при меньшем числе лабораторий в конечной базе данных (менее 6), но результаты по прецизионности, особенно воспроизводимость, в этом случае оказываются сомнительными в значительной степени и представляют собой приближённые оценки.

6.1.9 *Упаковка и доставка материалов* – Все материалы, требуемые для ИТР, должны быть упакованы надлежащим образом во избежание изменения определяемого свойства с течением времени или при хранении. Необходимо указать условия хранения материала в каждой лаборатории-участнице до проведения испытания. Отгрузка материалов лабораториям осуществляется в соответствии с графиком проведения испытания, о котором говорилось выше.

6.1.10 *Инструкции по проведению испытаний* – Хотя все ИТР обычно связаны с оценкой стандартных методов испытаний, включающих подробные инструкции по проведению испытаний, необходимы некоторые дополнительные указания. Одним важным дополнительным указанием является информация по графику проведения испытаний. Все материалы должны подвергаться испытанию в установленные дни и в соответствии с требованиями метода. График должен предусматривать своевременную доставку материала. Надлежит чётко описать любые особые изменения метода испытания, а также проинструктировать относительно числа лаборантов или операторов, которые должны проводить испытания (1, 2 и больше), в зависимости от числа



повторных испытаний. Если ИТР связано с оценкой метода на промежуточной стадии его разработки, все участвующие лаборатории должны быть снабжены инструкцией по выполнению метода испытания, а также всеми необходимыми инструкциями ИТР.

6.1.11 *Протокол испытаний в рамках ИТР* – Координатор ИТР готовит форму протокола испытаний, копии которой должны быть высланы лабораториям-участницам вместе с испытываемыми материалами и инструкциями. Форма включает позиции для указания названия лаборатории; фактической даты проведения испытаний; результата каждого повторного испытания (день) каждого целевого материала по возможности с точностью до более значимой цифры, чем принято (т.е. без округления). Форма протокола должна предусматривать описание испытательного оборудования/машин (номер модели, состояние), комментариев по непреднамеренным отклонениям от стандартной методики испытания, сообщение о любых трудностях и представление любой другой информации, относящейся к методу испытания. Заполненная форма протокола должна быть возвращена координатору ИТР.

## 7 Описание методики анализа обычной прецизионности

7.1 *Последовательность выполнения анализа* – Краткое описание методик анализа базы данных ИТР, приведённое в данном разделе, позволяет расширить понимание пользователем всего процесса анализа. Некоторая дополнительная информация по резко отклоняющимся значениям также представлены в настоящем разделе для лучшего понимания данного вопроса. Методика оценки обычной прецизионности может включать не менее 3 этапов или все этапы. Фактическое число этапов анализа зависит от однородности результатов испытаний в базе данных. В отсутствие резко отклоняющихся значений используют только Этап 1 анализа. При наличии резко отклоняющихся значений может потребоваться выполнение Этапов 2 и 3 в зависимости от величины резко отклоняющихся значений в базе данных. В Приложении A4 даны инструкции по 3 трём этапам анализа и приведены сведения по формированию таблиц и их компоновке таким образом, чтобы это обеспечивало автоматический пересчёт конечных параметров прецизионности ( $r$  и  $R$ ) после исключения резко отклоняющихся значений или подстановки заменяющих значений в базовую Таблицу 1. Полный процесс анализа показан на Рисунке 1, представляющем собой дерево решений или схему последовательности операций.

**Таблица 1 – Программа по определению прецизионности –  
Базовые данные <sup>A</sup>**

Материал (j) → Лаборатория (i)	1	2	3	4	...	q
1						
2			Y <sub>ijk</sub>			
3						
4						
5						
...						
p						

<sup>A</sup> Формат таблицы для проведения ИТР с однородными уровнями.

*Условные обозначения:*

L(i) – лаборатории (общее число лабораторий): 1, 2, 3, ..., p;

m(j) – материалы или уровни (общее число материалов q): 1, 2, 3, ..., q;

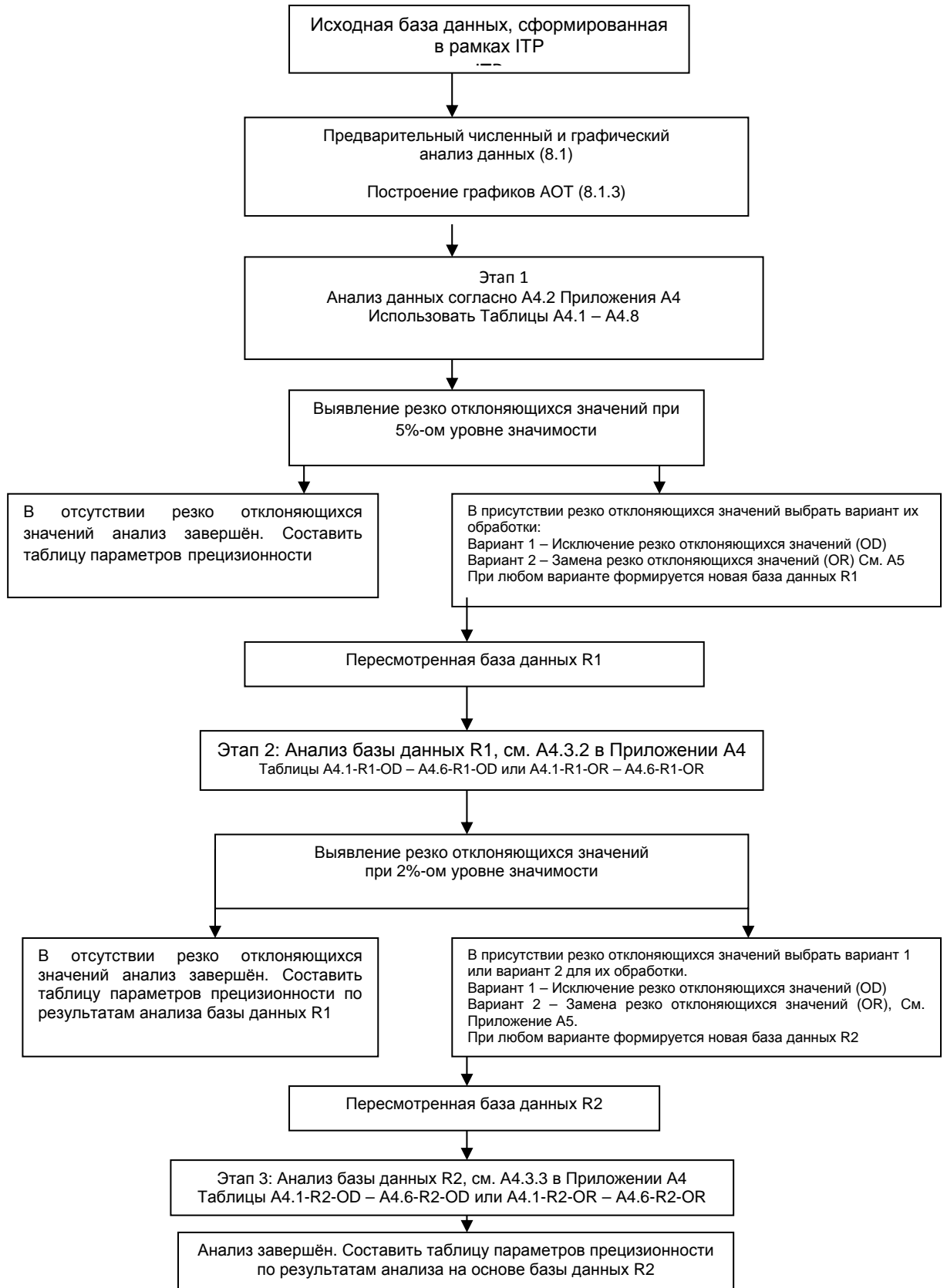
n – общее число результатов повторных испытаний на ячейку (ячейка – каждое сочетание L (i) m (j)); обычно n=2);

Y<sub>ijk</sub> – результат однократного испытания, где k = 1, 2...n(ij); см. ячейку (23) таблицы в качестве примера;

(i,j) – ячейки; каждая ячейка содержит n число результатов испытаний.



## D4483 – 14a



**Рисунок 1 – Древоидная схема анализа результатов ИТР**

*Примечание – Пример вычисления параметров прецизионности (с таблицами) дан в Приложении А6.*





7.1.1 *Предварительный анализ данных* – Ускоренный численный анализ любой базы данных важен в том смысле, что позволяет получить первое представление о результатах ИТР. Предварительный анализ результатов проводят после вычисления средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам (или диапазонов значений по ячейкам). Часть такого анализа заключается в построении специальных графиков средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам (или диапазонов значений по ячейкам) в сопоставлении с числом лабораторий. Эти графики, описанные в 8.1.3, ясно показывают потенциальные резко отклоняющиеся значения.

7.1.2 *Этап 1* – Исходную базу данных анализируют для определения значений сходимости и воспроизводимости по каждому материалу (или целевому материалу) с вычислением статистических показателей  $h$  и  $k$  в соответствии с Приложением А3. Информация по формированию шести таблиц, служащих для определения значений статистических показателей  $h$  и  $k$ , а также параметров прецизионности по каждому материалу, представлена в Приложении А4. Вычисленные значения  $h$  и  $k$  сравнивают с критическими значениями  $h$  и  $k$  при 5 %-ном уровне значимости для выявления резко отклоняющихся значений. В отсутствии резко отклоняющихся значений анализ считается завершённым. Значения сходимости и воспроизводимости используют для составления таблицы по параметрам прецизионности конкретного метода испытания. В случае обнаружения резко отклоняющихся значений приступают к Этапу 2.

7.1.3 *Этап 2* – Резко отклоняющиеся значения, обнаруженные при 5%-ном уровне значимости, можно либо (1) исключить из базы данных по варианту 1 или (2) заменить по варианту 2. Приложение А3, Приложение А5 и 5.1.1). Пересмотренную базу данных (обозначенную как версия 1 или  $R1$ ), полученную по любому из вариантов обработки резко отклоняющихся значений, анализируют для определения новых значений сходимости и воспроизводимости, обозначаемых как параметры точности  $R1$ . Получают новый набор вычисленных значений  $h$  и  $k$ , которые сравнивают с критическими значениями  $h$  и  $k$  при 2%-ном уровне значимости для выявления резко отклоняющихся значений при этом уровне. В отсутствии резко отклоняющихся значений анализ считается завершённым. Полученные значения сходимости и воспроизводимости используют для формирования таблицы по параметрам прецизионности  $R1$  конкретного метода испытания. В случае обнаружения резко отклоняющихся значений приступают к этапу 3.

7.1.4 *Этап 3* – Если значения  $h$  и  $k$ , вычисленные по  $R1$ , превышают критические значения  $h$  и  $k$  при 2%-ном уровне значимости, резко отклоняющиеся значения либо (1) исключают из базы данных по варианту 1 или (2) заменяют по варианту 2. Базу данных  $R2$ , полученную по любому из вариантов, анализируют для определения новых значений сходимости и воспроизводимости, обозначаемых как параметры прецизионности  $R2$ . На этом этапе анализ завершается. Значения сходимости и воспроизводимости по каждому материалу используют для формирования таблицы по параметрам прецизионности метода испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Хотя алгоритмы полного анализа с использованием электронных таблиц представлены в настоящей методике, комитет E11 ASTM разработал специальную программу вычисления сходимости и воспроизводимости, эквивалентную данной методике. Программное обеспечение можно приобрести в ASTM (ссылка 5). Однако программа ASTM не рассчитана для адаптации к базам данных с незаполненными ячейками. Методики вычисления подробно описаны в 8.1 и Приложении А4.

7.1.5 Методика определения *обычной прецизионности*, являющаяся частью данного стандарта, не включает решение такой задачи, как определение зависимости  $r$ ,  $R(r)$  и  $(R)$  от свойства (уровня) материала в любой ИТР, что обусловлено двумя причинами. Во-первых, число материалов, испытываемых при проведении большей части ИТР, как правило, недостаточно для установления какой-либо значимой зависимости прецизионности метода от уровня материала. Степени свободы для любого получаемого соответствия оказываются небольшими. Во-вторых, опыт показал, что даже при испытании нескольких материалов в ходе ИТР не получают какое-либо удовлетворительное линейное соответствие или другую зависимость. Следует иметь в виду, что любая ИТР основана на определённом графике и показывает общий уровень прецизионности при испытании 3 или 4 материалов в выбранном числе лабораторий. За исключением некоторых нехарактерных случаев, прецизионности метода обычно бывает разной при испытании каждого материала в отсутствие какой-либо явной закономерности или зависимости.

7.2 Статистическая модель, иллюстрирующая влияние случайных и систематических компонент дисперсии, присущей любой оценке прецизионности, рассмотрена в Приложении А2. В Разделе А2.5 описан вывод уравнений для определения сходимости и воспроизводимости с точки зрения межлабораторной и внутрिलाбораторной дисперсии и показано, как эти два показателя связаны со случайными и систематическими компонентами дисперсии.

7.2.1 Показатель  $S_L^2$  используется в вычислениях дисперсии воспроизводимости и среднеквадратического отклонения как описано в А2.5.1. Однако опыт показал, что



внутрилабораторная дисперсия значительно ниже межлабораторной дисперсии. При определённых обстоятельствах вычисленное значение  $S_L^2$  может быть ниже нуля. В таком случае значение  $S_L^2$  принимается за нулевое. Ситуация, когда  $S_L^2$  оказывается ниже нуля, может иметь место, когда существует такая дисперсия внутри ячейки, что вычисленные лабораторные средние по ячейкам согласуются достаточно хорошо. Специалист, выполняющий анализ, должен проверить конечные результаты вычислений (после обработки резко отклоняющихся значений, если она проводилась), чтобы выявить показатели  $S_L^2$ , значение которых ниже нуля, и заменить такие значения нулевым значением перед вычислением и внесением в протокол итоговых параметров прецизионности.

**7.3 Основополагающая информация по резко отклоняющимся значениям** – Выявление/исключение несогласующихся результатов испытания, содержащихся в базе данных по прецизионности, связано с некоторым противоречием. Если истинные резко отклоняющиеся значения значимой величины не исключить, значения параметров прецизионности могут быть значительно занижены. Это происходит по вине небольшого числа лабораторий-участниц. Однако следует соблюдать осторожность, чтобы не исключить высокие (или низкие), но добросовестно полученные значения. Исключение таких значений обуславливает излишне оптимистическую оценку прецизионности. Методики, представленные в данном стандарте, базируются на робастном анализе, направленном на оптимальное принятие решения. Хотя несогласующиеся результаты выявляют по объективным вероятностным методологиям, все операции исключения резко отклоняющихся значений носят достаточно условный характер, отличаются определённой трудоёмкостью и требуют опыта со стороны специалиста, выполняющего анализ.

**7.4 Категории резко отклоняющихся значений в зависимости от частоты их возникновения** – Резко отклоняющиеся значения, в зависимости от частоты их появления, чаще всего, можно отнести к одной из двух базовых категорий: (1) *отсутствующие или редкие* (отсутствие или небольшое число резко отклоняющихся значений: одно или два на каждые 20 ячеек Таблицы 1); (2) *распространённые* (большое число резко отклоняющихся значений, т.е. 3/4 и выше на каждые 20 ячеек, и, часто, присутствие в нескольких ячейках одной лаборатории). Когда резко отклоняющиеся значения присутствуют в большом количестве, их величина может быть существенной. Помимо этих двух экстремальных категорий существуют промежуточные уровни резко отклоняющихся значений.

**7.5 Исключение резко отклоняющихся значений – Принцип 1** – Существует две точки зрения относительно уровня значимости, который должен быть использован в процессе исключения резко отклоняющихся значений. Согласно крайне осторожной точке зрения, резко отклоняющиеся значения должны редко исключаться из базы данных ИТР. В основе этой точки зрения, частично, лежит концепция, что на предварительных стадиях разработки методов испытаний исключение резко отклоняющихся значений приводит к переоценке качества метода. В соответствии с таким подходом уровень статистической значимости обычно составляет 0,5 % ( $p = 0,005$ ). Этот принцип в определённой степени применим на начальных стадиях разработки любого метода испытания, особенно когда в ИТР принимает участие небольшое число лабораторий. Уровень значимости 0,5 % указан в методике E691. Однако подобный подход характеризуется рядом серьёзных недостатков, о которых говорится ниже.

**7.6 Исключение резко отклоняющихся значений – Принцип 2** – Опыт проведения оценки полностью разработанных методов с участием любого количества лабораторий показал разные уровни профессионализма и навыков выполнения испытаний (от низкого до высокого уровня). Такой диапазон возможностей разных лабораторий служит доказательством необходимости более реалистичного подхода к исключению резко отклоняющихся значений с использованием уровня значимости 5 %,  $p = 0,05$ , (или 95%-ного доверительного уровня). Подобный наиболее широко применяемый уровень статистической значимости позволяет исключать результаты лабораторий с низким уровнем контроля качества при проведении внутренних испытаний, которым необходимо совершенствовать освоение методик.

**7.6.1** Понижение прецизионности метода из-за лабораторий с низким уровнем профессионализма приводит к искажению реальной оценки прецизионности, полученной лабораториями с высоким уровнем контроля проведением испытаний. Прецизионность любого метода испытания, установленная в высокопрофессиональных лабораториях (большая часть лабораторий-участниц), должна быть эталоном для промышленности. Применение устойчивых (робастных) методик определения обычной/специальной прецизионности с целью выявления лабораторий с низким уровнем контроля качества позволяет повысить качество любого метода испытания в рамках



промышленности при условии использования принципа обратной связи для стимулирования плохо работающих лабораторий совершенствовать своё мастерство проведения испытаний.

**7.7 Последовательный анализ резко отклоняющихся значений** – Опыт анализа резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости включает вопрос последующего анализа базы данных, формируемой после исключения резко отклоняющихся значений при этом уровне значимости. Для надлежащего формулирования этой операции следует иметь в виду, что статистические показатели  $h$  и  $k$  представляют собой отношения средних по ячейкам отдельной лаборатории или среднеквадратических отклонений по ячейкам отдельной лаборатории к среднеквадратическому отклонению по всем лабораториям применительно к каждому параметру. Влияние любого резко отклоняющегося значения включает влияние самого резко отклоняющегося значения (числитель в формуле определения  $h$  и  $k$ ), так и эффект среднеквадратического отклонения по всем лабораториям (знаменатель в формуле определения  $h$  и  $k$ ).

**7.7.1** Исключение резко отклоняющихся значений при 5 %-ном уровне значимости сопровождается формированием второй базы данных ( $R1$ ) с существенно пониженным среднеквадратическим отклонением по всем лабораториям, которое является знаменателем в формуле определения  $h$  и  $k$ . Пересмотренная база данных представляет собой базу данных, которая была бы получена, если бы лаборатории, результаты которых удалены, не принимали бы участие в программе. Возникает вопрос, можно ли проводить анализ базы данных  $R1$  на предмет выявления резко отклоняющихся значений на основе показателей  $h$  и  $k$  при использовании вновь вычисленных среднеквадратических отклонений по всем лабораториям.

**7.7.2** При проведении ИТР с исходным участием 6 и большего числа лабораторий ответ может быть только утвердительным. Вторую базу данных необходимо анализировать для выявления потенциальных резко отклоняющихся значений. Однако во избежание завышения оценки прецизионности второй анализ следует проводить при более высоком уровне значимости, составляющем 2 %. Если в ИТР участвуют менее 6 лабораторий, специалист по проведению анализа наделяется правом принятия решения относительно анализа второй базы данных по своему усмотрению.

**7.8 Особые условия исключения резко отклоняющихся значений** – При проведении анализа более объёмной базы данных (12 и большее число лабораторий) могут быть обнаружены (редко) три или большее количество сомнительных или потенциальных резко отклоняющихся значений  $h$  и/или  $k$  на стадии 2. В этом случае значения  $h$  и/или  $k$ , вычисленные для трёх/большого числа лабораторий могут приближаться к критическим значениям, но, обычно, не превышают их. Если существует достаточно высокое расхождение между  $h$  и  $k$ , вычисленными для сомнительных трёх или большего количества резко отклоняющихся значений, и остальными значениями  $h$  и  $k$ , вычисленными для хорошо согласующихся результатов большей части лабораторий, то на стадии 2 рекомендуют использовать 5%-ный уровень значимости, а не 2 %-ный. Опыт анализа таких баз данных (2004 год) показал, что использование 5 %-ного уровня значимости на стадии 2 даёт возможность исключить лаборатории с неудовлетворительным контролем операций испытания. Это позволяет предотвратить влияние данных, представленных такими лабораториями, на оценку прецизионности согласованных результатов большей части лабораторий, которая становится эталоном для промышленности по оцениваемому методу испытания.

## 8 Определение обычной прецизионности – Этап 1

**8.1 Предварительный численный и графический анализ данных** – До выполнения вычислений, требуемых на этапе 1, необходимо провести анализ однородности базы данных графическим методом. Прецизионность методов испытаний, чаще всего, определяют, прибегая к планированию эксперимента с одноуровневыми факторами. Все лаборатории испытывают все материалы, проводя равное число повторных испытаний. Таблица 1 отражает план эксперимента с однородными уровнями и иллюстрирует форму регистрации базовых данных. В таблице использованы следующие обозначения:  $p$  – общее число лабораторий;  $q$  – общее число материалов или классов объектов;  $pq$  – общее число ячеек в таблице. Каждая ячейка таблицы, представляющая собой комбинацию лаборатории и материала, содержит равное число результатов повторных испытаний ( $n$ ). Каждый результат повторных испытаний обозначен как  $Y_{ijk}$ . План эксперимента, чаще всего, включает 2 результата повторных испытаний на ячейку ( $n = 2$ ).



8.1.1 *Вычисление средних по ячейкам, диапазонов значений по ячейкам или среднеквадратических отклонений по ячейкам* – Таблица в формате Таблицы 2 формируется на основе вычисления средних по ячейкам по результатам повторных испытаний ( $n$ ), представленных в Таблице 1. Вычисленные средние по ячейкам анализируют для выявления явных резко отклоняющихся значений, как указано в 8.1.3, с последующей их оценкой по методике, описанной в 8.3, 8.4 и Приложении А3.

8.1.2 Таблицу в формате Таблицы 3 готовят, вычисляя среднеквадратическое отклонение по результатам повторных испытаний ( $n$ ), представленных в одной ячейке. Вычисления выполняют для всех ячеек. По альтернативному, варианту вычисляют диапазоны значений по ячейкам ( $w$ ), представляющие собой абсолютную разность между максимальным и минимальным значениями в каждой ячейке. Диапазоны значений по ячейкам и среднеквадратические отклонения по ячейкам анализируют с целью выявления явных резко отклоняющихся значений, как указано в 8.1.3, с последующей их оценкой по методике, описанной в 8.3, 8.4 и Приложении А3.

8.1.3 *Графический анализ значений, указанных в ячейке* – Общее распределение данных с целью выявления потенциальных резко отклоняющихся значений анализируют путём построения специальных графиков на основе средних по ячейкам, диапазона значений по ячейкам или среднеквадратических отклонений по ячейкам, используя программу табличных вычислений. Готовят две новые таблицы: одну для средних по ячейкам, другую для диапазона значений по ячейкам. Диапазоны значений по ячейкам используют в данном случае в связи с тем, что они необходимы для выполнения некоторых вычислений при обработке резко отклоняющихся значений путём их извлечения или замены, хотя среднеквадратические отклонения по ячейкам тоже применимы. В таблице со средними значениями по ячейкам для каждого материала отводят две колонки. В первой колонке указывают номер лаборатории (1 – N), во второй – соответствующее среднее по ячейкам. В таком же формате готовят таблицы для диапазонов значений по ячейкам.

**Таблица 2 – Программа по определению прецизионности – Средние по ячейкам <sup>A</sup>**

Материал (j) → Лаборатория (i)	1	2	3	4	...	q
1						
2			avg Y <sub>ijk</sub>			
3						
4						
5						
...						
p						

<sup>A</sup> Форма таблицы для проведения ИТР с однородными уровнями.

*Условные обозначения:*

P – общее число лабораторий;

L(i) – лаборатория 1, 2, 3, ..., p;

Q – общее число материалов;

m(j) – материал 1, 2, 3, ..., q;

n – общее число результатов, полученных на основе повторных испытаний, на ячейку (ячейка – каждое сочетание лаборатории, L(i), и материала, m(j)); обычно n=2;

avg Y<sub>ijk</sub> – среднее по ячейке (ij) для n числа результатов испытания.

8.1.3.1 На основе подготовленных таблиц сортируют средние по ячейкам (или диапазоны значений по ячейкам) по возрастанию (по всем лабораториям), сопровождая значение по ячейке номером лаборатории. Для каждого параметра (средних по ячейкам или диапазонов ячеек) строят график, откладывая на одной оси значения параметра в порядке их возрастания, а на другой – № соответствующей лаборатории. Такой график называется графиком тренда в порядке возрастания (АОТ).

8.1.3.2 Когда результаты ИТР не содержат резко отклоняющиеся значения, график средних по ячейкам обычно представляет собой прямую линию с положительным наклоном и с некоторой допустимой степенью разброса точек. Если резко отклоняющиеся значения присутствуют, то они находятся на противоположных концах графика и показывают значительное отклонение от прямой линии в центральной области экспериментальных точек. График диапазонов значений по ячейкам может отличаться большей степенью кривизны у нижнего конца (где могут быть нулевые значения) по направлению к центральной области, но он также ясно показывает присутствие резко отклоняющихся значений в верхнем конце графика, где находятся высокие значения. Графики АОТ находят применение в процедуре замены резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (Приложение А5).





**Таблица 3 – Программа по определению прецизионности –  
Среднеквадратические отклонения по ячейкам<sup>A</sup>**

Материал (j) → Лаборатория (i)	1	2	3	4	...	q
1						
2				SD Y <sub>ijk</sub>		
3						
4						
5						
...						
p						

<sup>A</sup> Форма таблицы для проведения ИТР с однородными уровнями.

Обозначения:

p – общее число лабораторий;

L(i) – лаборатория 1, 2, 3, ..., p;

q – общее число материалов;

m(j) – материал 1, 2, 3, ..., q;

n – общее число результатов, полученных на основе повторных испытаний, на ячейку (ячейка – каждое сочетание лаборатории, L(i), и материала, m(j)); обычно n=2;

SD Y<sub>ijk</sub> – среднеквадратическое отклонение внутри ячейки (ij) для n числа результатов испытаний.

**8.2 Вычисление прецизионности на основе исходной базы данных** – Полное описание методики вычисления прецизионности по результатам, содержащимся в исходной базе данных, приведено в Приложении A4.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 – Таблицы A4.1 – A4.6 рассмотрены в Разделах 8, 9, 10. Специалист, занимающийся анализом, готовит эти таблицы в электронном виде, как указано в Приложении A4. Таблицы A4.1 – A4.6 (с добавленными буквенными обозначениями) в печатном виде отсутствуют в стандарте. Буквенные обозначения R1, R2, OR и OD добавляют к обычным номерам ASTM с целью самоидентификации таблиц. Добавление буквенных обозначений позволяет более полно подготовить таблицы и провести всесторонний анализ данных. Дополнительные разъяснения по использованию буквенных обозначений даны в Приложении A4 (A4.2 и A4.3).

Результаты испытаний, составляющих исходную базу данных, вносят в Таблицу A4.1. Её формат соответствует формату Таблицы 1, описанному в основном тексте стандарта, но для согласованности с содержанием Приложения A4 в 8.2 для таблиц использованы обозначения, принятые в Приложении A4.

8.2.1 Следующим этапом анализа является формирование Таблицы A4.2 для средних по ячейкам и средних по ячейкам, возведённых в квадрат. Соответствующие данные из Таблицы A4.1 служат в качестве значений параметров для Таблицы A4.2.

8.2.2 Таблица A4.3 предназначена для отклонений средних по ячейкам, обозначенных буквой *d*, и вычисленных значений *h*. Соответствующие данные из Таблицы A4.1 служат в качестве значений параметров для Таблицы A4.3. Вычисления значений *d* и *h* описаны в Приложении A3.

8.2.3 Таблицы A4.4.R для средних по ячейкам и средних по ячейкам, возведённых в квадрат, и A4.4.S для среднеквадратических отклонений по ячейкам и дисперсий по ячейкам (среднеквадратических отклонений по ячейкам, возведённых в квадрат) служат для одной цели, заключающейся в определении дисперсии внутри ячейки. При проведении анализа предпочтительно готовить обе таблицы.

8.2.4 Таблицу A4.5 используют для вычисления значений *k* для каждой ячейки в базе данных. Соответствующие данные из A4.4.S служат в качестве значений параметров для вычисления *k* в Таблице A4.5. Вычисление значений *k* описано в Приложении A3.

8.2.5 Таблица A4.6 предназначена для вычисления параметров прецизионности *r*, (*r*), *R*, (*R*). Для вычисления *r* и *R* требуются значения *T*<sub>1</sub>, *T*<sub>2</sub>, *T*<sub>4</sub>, *n*, *p*. Алгоритмы вычислений (1-5) указаны в Таблице A4.6. Полное описание вычисления этих параметров представлено в Приложении A4.

**8.3 Выявление резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости на основе статистических показателей *k* и *h*** – Вычисленные значения *k* (Таблица A4.3) и *h* (Таблица A4.5) анализируют для выявления потенциальных резко отклоняющихся значений.

8.3.1 Если показатель *h* по любой ячейке из Таблицы A4.3 равен критическому значению *h* при 5%-ном уровне значимости (Таблица A3.1) или превышает его, значение, указанное в конкретной ячейке, считается резко отклоняющимся.





8.3.2 Если показатель  $k$  по любой ячейке из Таблицы A4.5 равен критическому значению  $k$  при 5 %-ном уровне значимости (Таблица A3.1) или превышает его, значение, указанное в конкретной ячейке, считается резко отклоняющимся.

8.3.3 Все выявленные резко отклоняющиеся значения представляют в виде подтаблицы в нижней части Таблицы A4.6 с указанием номера лабораторий, результаты которых содержат резко отклоняющиеся значения  $k$  и  $h$  при 5 %-ном уровне значимости по каждому материалу (см. пример таблицы). Резко отклоняющиеся значения обрабатывают по варианту 1 (исключение) или по варианту 2 (замена) с формированием пересмотренной базы данных по 8.4.

8.3.4 В отсутствии резко отклоняющихся значений средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам анализ прецизионности считается завершённым. Полученные значения  $r$ ,  $(r)$ ,  $R$  и  $(R)$  могут быть использованы для подготовки таблицы, содержащей параметры прецизионности метода испытания.

8.4 *Формирование базы данных R1 путём обработки выявленных резко отклоняющихся значений по варианту 1 или 2* – Методика пересмотра базы данных описана в A4.3.

8.4.1 Вариант 1 заключается в исключении резко отклоняющихся значений ( $n$ ) по ячейкам из Таблицы A4.1, и устранении символов ошибки (ERR), отображающихся в некоторых ячейках таблиц A4.2 – A4.6 в результате исключения резко отклоняющихся значений (A4.3). Методика исключения резко отклоняющихся значений применима и к средним по ячейкам ( $h$  равно или выше критического  $h$  при 5%-ном уровне значимости) и среднеквадратическим отклонениям по ячейкам ( $k$  равно или выше критического  $k$  при 5%-ном уровне значимости). После устранения всех символов ошибки получают новую базу данных R1. Обозначение каждой таблицы базы данных R1 содержит дополнительные символы (R1-OD). OD – извлечённые резко отклоняющиеся значения. Новую базу данных анализируют для выявления резко отклоняющихся значений при более критическом уровне значимости, составляющем 2 % (Этап 2 анализа).

8.4.2 Вариант 2 основан на замене резко отклоняющихся значений ( $n$ ) по ячейкам в Таблице A4.1. Методика замены резко отклоняющихся значений применима и к средним по ячейкам ( $h$  равно или выше критического  $h$  при 5%-ном уровне значимости) и среднеквадратическим отклонениям по ячейкам ( $k$  равно или выше критического  $k$  при 5%-ном уровне значимости). Процесс замены, подробно описанный в приложении A5, может быть одно/двухступенчатым. Резко отклоняющиеся значения заменяют вычисленными подстановочными значениями (Приложение A5) с формированием новой базы данных (R1-OR). OR – заменённые резко отклоняющиеся значения. Новую базу данных анализируют для выявления резко отклоняющихся значений при более критическом уровне значимости, составляющем 2 % (Этап 2 анализа).

8.5 *Таблицы базы данных* – Готовят второй набор таблиц в формате A4.1 – A4.6 для Этапа 2 анализа. Как уже говорилось выше, второй набор включает (1) таблицы с обозначениями A4.1-R1-OD – A4.6-R1-OD при исключении резко отклоняющихся значений по варианту 1 или (2) таблицы A4.1-R1-OR – A4.6-R1-OR при замене резко отклоняющихся значений по варианту 2. После исключения или замены резко отклоняющихся значений, как описано в Приложении A4, новые значения параметров прецизионности отображаются в Таблице A4.6-R1-OD или Таблице A4.6-R1-OR.

## 9 Определение обычной прецизионности – Этап 2

9.1 *Выявление резко отклоняющихся значений при 2 %-ном уровне значимости на основе статистических показателей  $k$  и  $h$*  – Вычисленные значения  $h$  (Таблица A4.3-R1-OD или Таблица A4.3-R1-OR) и  $k$  (Таблица A4.3-R1-OD или Таблица A4.3-R1-OR) анализируют для выявления потенциальных резко отклоняющихся значений при 2 %-ном уровне значимости. Значения считаются резко отклоняющимися, если вычисленные  $h$  и  $k$  превышают критические значения  $h$  и  $k$  при 2%-ном уровне значимости. В нижней части каждой из таблиц составляют подтаблицу для суммирования результатов сравнения вычисленных и критических значений  $h$  и  $k$  (см. пример в Приложении A6). Обнаруженные резко отклоняющиеся значения обрабатывают по варианту 1 или 2 с пересмотром базы данных, как описано в A4.3.



9.1.1 По варианту 1 исключают резко отклоняющиеся значения ( $n$ ) по ячейкам из Таблицы A4.1-R1-OD и устраняют символы ошибки (ERR), отображающихся в некоторых ячейках Таблиц A4.2-R1-OD – A4.6-R1-OD в результате исключения резко отклоняющихся значений. После устранения всех символов ошибки получают новую базу данных R2-OD, которую используют для выполнения операций на Этапе 3 анализа.

9.1.2 По варианту 2 заменяют резко отклоняющимися значения ( $n$ ) по ячейкам в Таблице A4.1-R1-OR. Методика замены резко отклоняющихся значений применима и к средним по ячейкам ( $h$  выше критического  $h$  при 2 %-ном уровне значимости) и среднеквадратическим отклонениям по ячейкам ( $k$  выше критического  $k$  при 2 %-ном уровне значимости). Процесс замены, подробно описанный в Приложении A5, может быть одноступенчатым или двухступенчатым. Резко отклоняющиеся значения заменяют вычисленными подстановочными значениями (Приложение A5) с формированием новой базы данных (R2-OR), которую используют для выполнения операций на Этапе 3 анализа.

## 10 Определение обычной прецизионности – Этап 3

10.1 *Конечные результаты оценки прецизионности* – Хотя схема, показанная на Рисунке, включает Этап 3 как часть аналитического процесса, анализ выполнен автоматически с обработкой резко отклоняющихся значений на Этапе 2 по описанным методикам. Этап 3, фактически, - анализ результатов по прецизионности, полученных на основе базы данных R2. Исключение/замена резко отклоняющихся значений (варианты 1 и 2) завершается автоматическими вычислениями на базе взаимосвязанных Таблиц A4.1-A4.6 с получением новых результатов по прецизионности.

10.1.1 *Этап 3* – Завершающая стадия вычисления прецизионности после выявления резко отклоняющихся значений при 5%-ном и 2%-ном уровнях значимости. Результаты, представленные в Таблице A4.6-R2-OD или Таблице A4.6-R2-OR, служат для подготовки таблицы по прецизионности оцениваемого метода. Формат таблицы по прецизионности (Таблица 6) и содержание раздела по прецизионности для стандартных методов испытаний описаны в Разделе 13 данного метода.

## 11 Анализ специальной прецизионности – Испытание технического углерода

11.1 *Основополагающая информация* – Оценка методов испытаний, используемых в промышленности технического углерода, должна проводиться по методике, описанной в данном разделе, на основе планирования эксперимента с типовыми одноуровневыми факторами. Методика анализа специальной прецизионности отличается от методики оценки обычной прецизионности, по следующим аспектам: (1) каждая ячейка Таблицы 1 включает четыре результата повторных испытаний; (2) анализ средних и среднеквадратических отклонений по ячейкам для выявления резко отклоняющихся значений по методологии, отличающейся от методологии, используемой при оценке обычной прецизионности, в части потенциального числа исключаемых резко отклоняющихся значений по 11.3.1; (3) проведение специальных вычислений для выбора типа выражения воспроизводимости (абсолютной/относительной), при котором влияние величины измеряемого свойства на значение прецизионности проявляется в наименьшей степени. Кроме того, в анализе несогласующихся данных, как резко отклоняющихся значений, используются только критические значения  $h$  и  $k$  при 5 %-ном уровне значимости, взятые из Таблицы A3.1.

**Таблица 4 – Форма регистрации исходных данных по каждому материалу –  
Специальная прецизионность методов испытания технического углерода**

Дата	Материал (i)		
	Результат испытания 1	Результат испытания 2	Оператор/ лаборант
День 1	xxx	xxx	xxxxx
День 2	xxx	xxx	xxxxx

**Таблица 5 – Форма регистрации результатов межлабораторных испытаний –  
Специальная прецизионность методов испытания технического углерода**

Материал 1	Материал 2	Материал 3
------------	------------	------------



№ лабораторий и	Среднее внутри ячейки	Среднеквадратическое отклонение внутри ячейки	Среднее внутри ячейки	Среднеквадратическое отклонение внутри ячейки	Среднее внутри ячейки	Среднеквадратическое отклонение внутри ячейки
1	xx	xx	xx	xx	xx	xx
2	xx	xx	xx	xx	xx	xx
...	xx	xx	xx	xx	xx	xx
p	xx	xx	xx	xx	xx	xx

11.1.1 Термины, описанные в Разделе 3 и Приложении A1, распространяются на методику определения специальной прецизионности. В промышленности технического углерода и в некоторых других областях термин *проба* используют как синоним слова *материал* при обсуждении программ межлабораторных испытаний, т.е. марку техуглерода, используемую в ИТР, часто называют *пробой*. Такая практика, противоречащая терминологическим требованиям данной методики, может быть причиной неоднозначности терминов. Во избежание терминологической двусмысленности *материалом* или *целевым материалом* должны называться объекты, подвергаемые испытанию (например, серия разных марок технического углерода), в процессе организации, протоколирования, обсуждения программ межлабораторных испытаний и параметров прецизионности, вычисленных на основе результатов выполненных испытаний.

11.2 *Выбор материалов и регистрация исходных данных* – Число испытываемых материалов (или целевых материалов), в качестве которых, обычно, используют разные марки технического углерода, выбирают, как указано в пункте 6.1.6. В любом ИТР рекомендуют использовать не менее пяти материалов, что обеспечивает, по меньшей мере, 4 степени свободы при оценке квадрата коэффициента смешанной корреляции (11.4).

11.2.1 Испытания выбранных материалов (целевых материалов) проводят в соответствии с требованиями определённого метода для получения двух результатов испытаний в каждый из двух отведённых дней. В итоге получают 4 результата испытаний, проводимых при использовании одинаковых испытательных машин или устройств. Результат испытания – среднее/медианное значение, вычисленное на основе определённого числа определений, установленного в методе испытания. Значения, полученные по каждому материалу, регистрируют в таблице для исходных данных (Таблица 4). Каждый набор данных, включающий четыре значения, составляет одну ячейку сводной таблицы, как указано в описании Таблицы 1 в разделе по определению обычной прецизионности. Однако в программах межлабораторных испытаний технического углерода для конечных результатов используют таблицу другого формата (Таблица 5). Эта таблица содержит результаты вычислений по всем материалам, испытанным в ходе программы. Обработка данных по каждому материалу из Таблицы 4 описана в п. 11.3.

11.3 *Анализ данных и вычисления* – После подготовки серии таблиц в формате Таблицы 4 (по одной таблице для каждого материала и каждой лаборатории) приступают к вычислению средних по ячейке и среднеквадратических отклонений по ячейке (комбинации материал-лаборатория). Результаты вычислений вносят в Таблицу 5. По каждому материалу анализируют средние по ячейке (Таблица 5), используя статистический показатель  $h$ , и среднеквадратические отклонения по ячейке, используя статистический показатель  $k$ , с целью выявления потенциальных резко отклоняющихся значений. Резко отклоняющиеся значения определяют на основе  $h_{(crit)}$  и  $k_{(crit)}$  при 5%-ном уровне значимости. Хотя средние и среднеквадратические отклонения по ячейке содержат две недифференцированные компоненты изменчивости (изменчивость между испытаниями – изменчивость между днями; изменчивость между испытаниями – изменчивость внутри дня), статистическая методика, основанная на показателях  $h$  и  $k$ , применима для выявления потенциальных резко отклоняющихся значений среди таких специфических значений по ячейкам.

11.3.1 Анализ результатов испытаний технического углерода базируется на предположении, что в ИТР принимает участие большое число лабораторий (более 20). По каждому материалу, представленному в Таблице 5, вычисляют значения  $h$  и  $k$  для каждой ячейки (или лаборатории) по методике, описанной в Приложении A3. Вычисленные значения  $h$  и  $k$  анализируют на предмет превышения  $h_{(crit)}$  и  $k_{(crit)}$  при 5%-ном уровне значимости, выбранных из Таблицы A3.1. Процесс исключения резко отклоняющихся значений базируется на нижеуказанных принципах.



11.3.1.1 Если ни одно из вычисленных значений  $h$  или  $k$  не превышает  $h_{(crit)}$  и  $k_{(crit)}$ , все средние по ячейке или среднеквадратические отклонения по ячейке (либо те и другие показатели) сохраняют.

11.3.1.2 Если одно из значений  $h$  или значений  $k$  превышает  $h_{(crit)}$  и  $k_{(crit)}$ , среднее или среднеквадратическое отклонение по определённой ячейке исключают из базы данных.

11.3.1.3 Если более одного значения  $h$  или  $k$  превышает критическое значение  $h$  или  $k$ , резко отклоняющиеся значения исключают, как описано ниже.

(1) Если в программе участвует 20 или меньшее число лабораторий, исключают только одно среднее значение или среднеквадратическое отклонение по ячейке на один материал, для которого установлено наибольшее (абсолютное) вычисленное значение  $h$  или  $k$ .

(2) Если при участии в ИТР более 20 лабораторий несколько значений  $h$  или  $k$  (либо тех и других значений) превышают критическое значение  $h$  или  $k$ , исключают средние значения или среднеквадратические отклонения по ячейке (либо то и другое), начиная с самых высоких (абсолютных) вычисленных значений  $h$  или  $k$  и далее в порядке их понижения, пока не останется 20 лабораторий, или пока не будут исключены все средние значения или среднеквадратические отклонения внутри ячеек, для которых установлено, что вычисленные значения  $h$  или  $k$  превышают  $h_{(crit)}$  и  $k_{(crit)}$ . Базу данных, сформированную после исключения резко отклоняющихся значений, используют для вычисления точности метода испытания.

11.3.2 На основе базы данных, сформированной после исключения резко отклоняющихся значений (11.3.1) и обозначенной как R1, выполняют второй анализ прецизионности для создания итоговой таблицы с параметрами, используемыми в операциях, описанных в 11.4.

11.4 *Выражение прецизионности методов испытания технического углерода* – Параметры  $r$ ,  $R$ , ( $r$ ), ( $R$ ) вычисляют по формулам, описанным в A4.1, на базе исходной базы данных в отсутствии резко отклоняющихся значений или базы данных R1, формируемой после исключения выявленных резко отклоняющихся значений. Строят график зависимости  $R$  и ( $R$ ) от  $M$  или  $Y_{AV}$  (среднее значение по анализируемому свойству материала) для всех материалов, подвергавшихся испытанию. Выполняют регрессию по методу наименьших квадратов для обеих зависимостей и регистрируют квадрат коэффициента смешанной корреляции ( $C_d$ ) для каждого параметра  $R$  и ( $R$ ).

11.4.1 Выбирают тип выражения прецизионности, параметр  $R$  или ( $R$ ), с наименьшим значением  $C_d$ , который показывает, какой из двух типов выражения точности в наименьшей степени зависит (или наиболее независим) от уровня измеряемого свойства. Наиболее независимый параметр (с наименьшим  $C_d$ ) используют для подготовки окончательной таблицы по прецизионности в формате Таблицы 6. Выбранный тип выражения прецизионности применим и к сходимости и к воспроизводимости. Специальную прецизионность выражают по правилам, предусмотренным для выражения обычной прецизионности (Раздел 12), указав, где надлежит, обозначение “Специальная прецизионность”. Колонки для параметра [ $r$  и  $R$  или ( $r$ ) и ( $R$ )] с самым высоким значением  $C_d$  могут быть исключены из Таблицы 6.

## 12 Формат таблицы и раздела по прецизионности в стандартах по методам испытаний

12.1 *Таблица по обычной прецизионности* – Сводные данные по прецизионности представляют в формате Таблицы 6. Заголовок каждой сводной таблицы должен включать (1) категорию прецизионности: *обычная прецизионность* или *специальная прецизионность* (испытание технического углерода); (2) Тип прецизионности (Тип 1 или Тип 2), см. пп. 5.1.3-5.1.5; (3) определяемое свойство и единицы измерения.

12.1.1 По каждому испытанному материалу регистрируют следующие данные: (1) обозначение материала; (2) средний уровень определяемого свойства; (3) среднеквадратическое отклонение сходимости,  $S_r$ ; (4) сходимость,  $r$ , в единицах измерения; (5) относительную сходимость, ( $r$ ), в процентах от среднего уровня; (6) среднеквадратическое отклонение воспроизводимости,  $S_R$ ; (7) воспроизводимость,  $R$ , в единицах измерения; (8) относительную воспроизводимость, ( $R$ ), в процентах от среднего уровня; (9) число лабораторий в конечной базе данных, использованной для оценки прецизионности.



12.1.2 В отсутствии резко отклоняющихся значений в девятом столбце (12.1.1) Таблицы 6 указывают число лабораторий, зарегистрированное в исходной базе данных. Исключение выявленных резко отклоняющихся значений (вариант 1), сопровождается сокращением числа лабораторий, указываемое в этом столбце, по сравнению с числом лабораторий в исходной базе данных. Если выявленные резко отклоняющиеся значения заменены (вариант 2), указывают число лабораторий, данные которых не были заменены, заключив цифру в скобки. Пояснения дают в сноске к таблице.

12.1.3 Если среднее значение определяемого свойства любого материала близко к нулю, относительные параметры прецизионности, ( $r$ ) и ( $R$ ), будут завышенными. В таких случаях относительное выражение прецизионности исключают из Таблицы 6. Пояснения по используемым условным обозначениям дают в сносках к таблице.

12.1.4 Вычисление средних значений рекомендовано только в том случае, когда значения  $r$  и  $R$  примерно равны по всем материалам. Если между значениями показателей прецизионности метода при испытании нескольких материалов существует значительная разница, следует соблюдать осторожность, интерпретируя среднюю прецизионность, поскольку она может быть малозначущей или малоприменимой.

12.1.5 Если между значениями параметров прецизионности метода при испытании нескольких материалов существует значительная разница, использование среднего значения может привести к недооценке общей прецизионности. Предпочтительно ориентировать пользователя на выбор из таблицы материала, который по значению среднего уровня в наибольшей степени приближается к исследуемому материалу, чтобы определить ожидаемую прецизионность, вместо применения среднего значения прецизионности. В обязанность организаторов ИТР входит определение причин существенной разности между значениями параметров прецизионности при испытании нескольких материалов и сообщение среднего значения.

**Таблица 6 – Пример формата таблицы значений параметров прецизионности –  
Тип 1: Прецизионность метода ASTM по определению xxxxx**

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – xxxxx - определяемое свойство в единицах измерения (xx).

Материал	Средний уровень	Внутрилабораторные			Межлабораторные			Число лабораторий
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)	
A								
B								
C								
D								
Усреднённые значения								

<sup>A</sup> Указывают число лабораторий в конечной базе данных и выбранный вариант обработки резко отклоняющихся значений. Если использован вариант 2, № лаборатории указывают в скобках.

*Условные обозначения:*

Sr – внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение в единицах измерения;

r – сходимость в единицах измерения;

(r) – сходимость в процентах от среднего уровня;

SR – межлабораторное среднеквадратическое отклонение (для общей межлабораторной дисперсии в единицах измерения);

R – воспроизводимость в единицах измерения;

(R) – воспроизводимость в процентах от среднего уровня

Параметры прецизионности, указанные в таблице, рассмотрены ниже в описании раздела по точности.

12.2 *Раздел по обычной прецизионности* – Результаты оценки прецизионности представляют в разделе по прецизионности и отклонению, который входит в структуру стандарта по методу испытания. Понятие, касающееся отклонения, обсуждается в Приложении A2. Пункты раздела по прецизионности должны включать подпункты, содержащие нижеуказанные сведения по ИТР и определяемой прецизионности.

12.2.1 Формулировку о проведении ИТР в соответствии с требованиями текущей версии D4483 с указанием года последнего пересмотра стандарта и года выполнения программы, а также формулировку, отсылающую пользователя к стандарту D4483 в части терминологии и других статистических данных в области оценки прецизионности.

12.2.2 Формулировку, предупреждающую, что параметры прецизионности, определённые в ходе ИТР, не могут быть использованы для оценки испытаний, проводимых с целью приёмки или браковки





любой группы материалов/продуктов, без документального подтверждения их применимости к испытываемым материалам/продуктам.

12.2.3 Формулировку, содержащую информацию по (1) категории прецизионности (обычная/специальная); (2) типу прецизионности (Тип 1 или Тип 2); (3) числу лабораторий, принимавших участие в ИТР ( $p$ ); (4) числу ( $q$ ) и характеристикам испытанных материалов (целевых материалов); (5) числу повторных испытаний в каждой лаборатории ( $n$ ); (6) интервалу между повторными испытаниями, проводимыми в каждой лаборатории для определения сходимости (часы, дни); (7) результату испытания (среднее, медианное значение по результатам определённого числа ( $x$ ) определений или отдельных измерений); (8) использованному варианту обработки резко отклоняющихся значений (исключение/замена); (9) особенностям ИТР.

12.2.4 Таблица параметров прецизионности (12.1) должна быть частью раздела по прецизионности. В таблице (формат Таблицы 6, включённой в стандарт по определённому методу испытания), указывают число лабораторий, оставшихся после исключения/замены резко отклоняющихся значений. Кроме того, приводят комментарий по результатам испытаний.

12.2.5 Общие формулировки по сходимости и воспроизводимости, являющиеся частью раздела по прецизионности, составляют, как рекомендовано ниже. К формулировкам сходимости/воспроизводимости, в которых под *таблицей*  $xx$  имеется итоговая таблица, включённая в стандарт по методу испытания, применим 95%-ный доверительный уровень (или  $p=0,05$ ).

12.2.5.1 *Сходимость* – Сходимость или прецизионность метода в условиях локальной базы проведения испытания установлена на основе значений, содержащихся в таблице  $xx$  по каждому указанному материалу. Средние значения сходимости, если они вычислены, тоже включают в таблицу. Два отдельных результата испытания, (полученные при соблюдении требований данной методики), разница между которыми превышает табличные значения  $r$ , в единицах измерения, или ( $r$ ), в %, если они включены, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании неидентичных совокупностей. В таких случаях требуется проведение надлежащей проверки.

12.2.5.2 *Воспроизводимость* – Воспроизводимость или прецизионность метода в условиях расширенной базы проведения испытания установлена на основе значений, содержащихся в таблице  $xx$  по каждому указанному материалу. Средние значения сходимости, если они вычислены, тоже включают в таблицу. Два отдельных результата испытания, полученные в разных лабораториях (при соблюдении требований данной методики), разница между которыми превышает табличные значения  $R$ , в единицах измерения, или ( $R$ ), в %, если они включены, должны считаться сомнительными, т.е. полученными при использовании неидентичных совокупностей. В таких случаях требуется проведение надлежащей проверки.

12.2.6 Отклонение как оно определено в п. A1.2.5 (*систематическое отклонение*), представляет собой отклонение измеренного значения от истинного или опорного значения. Отклонение не рассмотрено в данной методике, т.к. его нельзя определить при оценке практически всех методов испытаний из-за отсутствия или невозможности определения истинных/опорных значений. Во все стандарты по методам испытаний формулировку, касающуюся отклонения, включают последним пунктом раздела по прецизионности, указывая, что отклонение не определено. Ниже приведено содержание формулировки при использовании термина *отклонения* как синонима термина *систематическое отклонение*.

12.2.6.1 *Отклонение* – разность между значением, полученным при испытании, и истинным/опорным значением. В связи с тем, что для настоящего метода испытания опорных значений не существует, отклонение не может быть определено.

12.3 *Таблица по специальной прецизионности* должна соответствовать требованиям по составлению таблицы по обычной прецизионности

12.3.1 Если среднее значение измеренного показателя любого материала очень близко к нулю, относительная прецизионность, ( $r$ ) и ( $R$ ), оказывается очень высокой. В таких случаях относительную прецизионность исключают из Таблицы 6.

12.4 *Раздел по специальной прецизионности* готовят в соответствии с требованиями к подготовке раздела по обычной прецизионности (12.2.1 – 12.2.5), включая рекомендуемые содержания



формулировок, приведённых в пп. 12.2.5.1 и 12.2.5.2, но с учётом различных методик оценки сходимости и воспроизводимости (Таблицы 4 и 5). Если выбран другой тип выражения специальной прецизионности, дают обоснование.

### **13 Протокол, составляемый при проведении ИТР по оценке прецизионности метода испытания**

13.1 Комплексный протокол оценки прецизионности, содержащий все сведения об организации и выполнении программы, готовят при выполнении любой ИТР. Его форма отличается от формы протокола, представляемого каждой лабораторией-участницей в рамках ИТР. Протокол включает нижеуказанную информацию.

13.1.1 Состав и местонахождение организационного комитета, сведения о координаторе программы, дату проведения ИТР.

13.1.2 Категорию прецизионности (обычная или специальная).

13.1.3 Тип прецизионности (Тип 1 или Тип 2).

13.1.4 Число лабораторий,  $p$ , и их название без указания № лабораторий в рамках ИТР.

13.1.5 Число материалов (целевых материалов),  $q$ , и их описание.

13.1.6 Формулировку по результату испытания, число повторных испытаний,  $n$ , интервал между испытаниями для определения сходимости.

13.1.7 Данные об операторах, выполнявших испытания, любые особые сведения.

13.1.8 Данные о приготовлении материалов и документальном подтверждении их однородности.

13.1.9 Сведения по упаковке и доставке материалов всем лабораториям-участницам ИТР.

13.1.10 Копии отчётов по результатам испытаний, представленные всеми лабораториями-участницами ИТР.

13.1.11 Отчёт по анализу результатов ИТР с включением всех таблиц, о которых говорится в Приложении А4, с полным описанием всех этапов анализа, указанием использованного варианта обработки резко отклоняющихся значений и представлением другого надлежащего комментария.

13.1.12 Таблицу параметров прецизионности и комментариев по результатам ИТР.

13.1.13 Проект раздела по прецизионности для стандарта по определённому методу испытания.

### **14 Ключевые слова**

14.1 Обычная прецизионность, программа межлабораторных испытаний, ИТР, прецизионность, сходимость, воспроизводимость, специальная прецизионность.

## **Приложения (нормативные)**

### **А1. Определения терминов в области прецизионности и испытаний**

#### **А1.1 Общие положения**



A1.1.1 Информационнонаполненные определения терминов, представленные в данном приложении, составлены с учётом базовых принципов. В приложение включены некоторые дополнительные определения для формирования более полного понимания концепций прецизионности. Термин *uncertainty* использован в некоторых формулировках в значении *недостовёрность*, т.е. в обычном повседневном смысле для выражения *сомнения*. Определение этого термина в более специфическом значении *неопределённость*, в котором он применяется в области статистики и измерений, дано в п. A1.2.8.1. Определения терминов, содержащиеся в терминологическом Разделе 3 основного текста методики, должны интерпретироваться на основе данного приложения.

## A1.2 Определения базовых статистических терминов

A1.2.1 *Изменчивость* – наличие отклонений или разностей между измеренными значениями при проведении повторяющихся независимых испытаний (наблюдений) определённого класса объектов, которые обусловлены нарушениями, создаваемыми одной или большим числом причин.

A1.2.1.1 *Комментарий* – Отклонения создаются некоторой группой факторов или причин, существующих в условиях определённой базы проведения испытаний и оказывающих совокупное влияние на результат независимого измерения или наблюдения. Такая группа факторов называется комплексом причин, вызывающим изменчивость. Типичный комплекс причин включает неустраняемые колебания температуры/влажности/точности калибровки, оборудование разных типов и другие факторы, характерные для определённой контролируемой базы проведения испытаний.

A1.2.1.2 *Изменчивость, обусловленная процессом производства* – изменчивость свойств, вызванная одним или большим числом факторов, (1) являющихся неотъемлемой частью процесса получения материала или класса объектов; (2) присущих условиям хранения или подготовки материала, предшествующим испытаниям, либо того и другого, после завершения процесса производства.

A1.2.1.3 *Изменчивость, обусловленная измерением* – изменчивость, вызванная одним или большим числом факторов, присущих функционированию приборов или машин, используемых для оценки свойств материала или класса объектов в условиях определённой базы проведения испытаний.

A1.2.2 *Распределение* – характерная модель дисперсии (разброса) независимых значений элементов, обусловленной одним или большим числом факторов, вызывающих изменчивость, и характеризующейся диапазоном (максимум – минимум) и упорядочением значений элементов на основе их частоты появления.

A1.2.2.1 *Комментарий* – С точки зрения графического изображения упорядочение связано с числом (или частотой появления) значений объекта в любом небольшом диапазоне (или точке) вдоль оси значений элемента. Распределение независимых значений вдоль этой оси может быть в форме одной из трёх моделей: (1) одновершинное или симметричное распределение вокруг центрального значения с самой высокой частотой появления с понижением частоты появления по мере роста плюсовой/минусовой разности между независимыми значениями и центральным значением; (2) распределение с равномерной частотой появления в диапазоне значений; (3) асимметричное распределение выше/ниже центрального или другого частного значения. Концепцию распределения, обычно, применяют для значений, а не физических объектов, хотя она распространяется на то и другое. Изменчивость, обусловленная процессом производства и измерением, может оказывать влияние на полный разброс. Распределение может быть определено с помощью математического уравнения плотности вероятности, описывающего частоту появления любого значения на основе параметров, характеризующих сдвиг распределения и форму функции распределения.

A1.2.3 *Нормальное распределение* – симметричное (одновершинное) распределение колоколообразной формы. Его можно характеризовать с помощью особой плотности вероятности, включающей два параметра: центральное значение или среднее значение и среднеквадратическое отклонение.



A1.2.3.1 *Комментарий* – Большая часть данных, полученных при испытании, за некоторым исключением, имеет одновершинное распределение, т.е. нормальное или приближающееся к нормальному. Средние  $n$  значений ( $n=$  или  $>4$ ) приближаются к нормальному распределению, даже когда распределение исходного или отдельного значения ( $n=1$ ) не относится к категории нормального.

A1.2.4 *Совокупность* – распределение (множество) независимо распределённых объектов (элементов), составляющих полный набор для определённой системы. Совокупность может относиться к (1) одному или нескольким объектам; (2) ограниченному, но большому числу объектов; (3) гипотетическому неограниченному числу объектов.

A1.2.4.1 *Комментарий* – Вышепредставленное определение распространяется на физическую совокупность или множество объектов. Существует ещё одно понятие – совокупность данных, т.е. сбор всех значений, полученных при испытании (наблюдении) физической совокупности (или её части). Во всех трёх интерпретациях *совокупности* подразумевается, что элементы получены по определённому идентичному способу с грубой аппроксимацией, распространяющейся на диапазон свойств. Программы испытаний, включающие определённую базу выполнения испытаний и план выборочного контроля, могут проводиться на основе разных совокупностей: от ограниченного числа объектов (интерпретация 1) до широкого спектра объектов (интерпретация 3).

A1.2.5 *Случайное отклонение* – разность (плюсовая или минусовая) между независимо измеренным (определённым) значением и известным (или вычисленным) средним или принятым опорным значением). Разности, отличающиеся по величине, обычно, имеют нормальное (одновершинное) распределение. При проведении большой серии повторных испытаний в условиях стабильной базы сумма и среднее разностей равна нулю.

A1.2.5.1 *Комментарий* – Большое число повторных испытаний приводит к понижению случайной неопределённости среднего, а не суммарной неопределённости, которая может содержать компоненту систематического отклонения (см. определение систематического отклонения ниже по тексту), но обеспечивает более надёжную оценку истинного или опорного значения. Число повторных испытаний зависит от цели их проведения. В случае типовых испытаний  $n$  достигает порядка 10. Для критических испытаний  $n$  может быть в 2 – 3 раза выше. При промежуточном числе повторяющихся испытаний среднее случайных отклонений может быть понижено до небольшого значения, которое допустимо принять за ноль в зависимости от области, в которой проводится испытание.

A1.2.6 *Систематическое отклонение* – постоянная разность (плюсовая/ минусовая), в отсутствие случайных отклонений, между независимо измеренным/определённым значением элемента и истинным/опорным значением в условиях конкретной базы проведения испытаний.

A1.2.6.1 *Комментарий* – Систематическое отклонение представляет собой систематическую или установившуюся разность, возникшую из-за какого-либо нарушения в системе. Для некоторых баз проведения испытаний отклонение оказывает равное воздействие на все измерения. В условиях других баз проведения испытаний отклонение может изменяться в зависимости от величины измеряемого значения. Когда опорное значение известно, систематическое отклонение можно определить, исключив (или понизив до незначительной величины) влияние случайной изменчивости путём проведения расширенной серии измерений. Изменения базы проведения испытаний могут сопровождаться изменением величины (и, возможно, знака, что менее вероятно) систематического отклонения. В любой системе может быть более одного источника систематического отклонения. Систематические отклонения, в отличие от случайных отклонений, не суммируются до нуля. Термин *отклонение* часто используют, как синоним термина *систематическое отклонение*.

A1.2.7 Хотя оценка точности и правильности не описана в данной методике, определения этих терминов приведены для расширения понимания их связи с прецизионностью. В некоторых определениях использован термин *показатель качества*. Высокий *показатель качества* свидетельствует о высоком качестве или высоком уровне качества измерительной системы по определённому параметру системы.



A1.2.7.1 *Точность* – характеристика испытания, пропорциональная величине, обратной разности между отдельным результатом испытания и истинным/опорным средним значением для какого-либо класса объектов.

A1.2.7.2 *Комментарий* – Когда абсолютная разность небольшая, обратная величина оказывается высокой. В этом случае говорят о *высокой точности метода испытания*. Если в системе существуют случайное и систематическое отклонения, то оба типа отклонения влияют на разность.

A1.2.7.3 *Правильность* – характеристика испытания, пропорциональная величине, обратной разности между долгосрочным вычисленным средним (при высоком значении  $n$ ) и истинным/опорным средним значением для определённого класса объектов.

A1.2.7.4 *Комментарий* – Поскольку вычисленное среднее представляет собой оценку при высоком значении  $n$ , сумма случайных отклонений приближается к нулю и влияние случайных отклонений значительно понижается или исключается. Определяемая разность зависит только от суммы систематического отклонения. Таким образом, *правильность* – характеристика метода испытания, служащая для оценки систематического отклонения.

A1.2.8 Как указывалось выше, понятие *неопределённость (Uncertainty)* требует некоторого внимания. В определении, приведённом ниже, подчеркнута общая природа этого понятия. Определение и комментарий показывают, что *неопределённость* имеет локальное значение, а прецизионность носит расширенный характер. Определения термина “*неопределённость*”, составленные разными организациями, равнозначны, но выражены разными словами.

A1.2.8.1 *Неопределённость* – характеристика испытания в условиях локальной базы, представляющая собой разность между измеренным (определённым) значением элемента и принятым опорным значением. Она включает случайное и систематическое отклонения.

1.2.8.2 *Комментарий* – Термин *Uncertainty* в значении *неопределённость* (A1.2.8.1), следует отличать от обычного значения слова “uncertainty” (сомнительность). Как уже говорилось выше, *качество, добротность* и *неопределённость* (сомнение по поводу достоверности измерения) находятся в обратной зависимости. *Неопределённость* распространяется на локальную базу. В условиях каждой локальной базы проведения испытания значение *неопределённости* может быть разным для любого испытания. *Прецизионность (сходимость и воспроизводимость)* – характеристика расширенной базы проведения испытаний. Значения параметров прецизионности, полученные в ходе ИТР, применимы ко всем лабораториям, принимавшим участие в программе.

## A2 Статистическая модель для программ межлабораторных испытаний

### A2.1 Введение

A2.1.1 В данной методике не рассмотрено определение отклонения или точности, но это понятие значимо для получения полного представления о влиянии отклонения при проведении межлабораторных испытаний. В данном приложении даны пояснения по влиянию случайных и систематических отклонений на основе использования статистической модели для межлабораторного испытания.

A2.1.2 Все измерения, проводимые в практических условиях, претерпевают воздействие комплекса причин возникновения отклонений или ошибок в ходе выполнения испытаний. Типичный комплекс причин включает колебания атмосферного давления/температуры/влажности, неустойчивость внимания оператора к частностям испытания и т.п. Существует две основные категории отклонений или изменчивости, распространяющиеся на любую базу проведения испытаний. Категории обусловлены характером и источником отклонений, влияние которых приводит к тому, что значения, полученные при испытании/измерении, отличаются от значений, которые были бы получены в идеальных условиях. Две основные категории изменчивости рассмотрены ниже.





A2.1.2.1 *Изменчивость, обусловленная процессом производства* – изменчивость свойств, вызванная одним или большим числом причин отклонения, свойственных процессу получения материала/класса объектов; или присущих условиям хранения/подготовки материала (до проведения испытания), либо того и другого, после завершения процесса производства.

A2.1.2.2. *Изменчивость, обусловленная измерением* – изменчивость, вызванная одним или большим числом причин отклонения, присущих функционированию приборов или машин, используемых для оценки определённых свойств материала/класса объектов в условиях конкретной базы проведения испытаний.

A2.1.3 В любой категории изменчивости могут быть отклонения двух разных типов: (1) случайные плюсовые/минусовые отклонения от какого-либо центрального (истинного) значения или (2) систематические ошибки/систематические отклонения. Комплексы причин зависят от базы проведения программы испытаний и могут изменяться от простых к сложным. Производственному процессу дано расширенное определение. Это может быть (1) обычный процесс, выполняемый с помощью какого-либо производственного оборудования; (2) естественно протекающий процесс или (3) мелкосерийный технологический процесс изготовления материала/класса объектов для испытания. Описание применимо и к материалам и к объектам.

A2.1.4 Объектами могут быть разрозненные промышленные изделия или испытываемые образцы, изготовленные определённым способом. Материалы могут подвергаться испытанию непосредственным образом как в случае определения растягивающего напряжения или модуля полимера, либо косвенно, например, при оценке действия технического углерода/присадки в резине на примере состава стандартной резиновой смеси. Материал, подвергаемый оценке в резиновых смесях, называется целевым материалом, т.к. испытывается не сам материал, а содержащая его композиция. Испытание резиновой смеси может включать испытание объектов или образцов для проведения процесса измерения. Определения терминов *испытание*, *целевой материал* и *прецизионность Типа 1 и Типа 2* даны в пп. 5.1.3–5.1.5 данной методики.

## A2.2 Общая модель

A2.2.1 Для любой базы проведения испытания каждое измерение,  $y_i$ , можно представить в виде линейной аддитивной комбинации постоянных или переменных (математических) членов уравнения, как показано на примере уравнения A2.1. Каждый из этих членов уравнения представляет собой отдельное отклонение или компоненту изменчивости. Сумма всех компонентных отклонений равна полной изменчивости, наблюдаемой при отдельном измерении. Принимают условие, что все лаборатории-участницы испытывают выбранное число классов объектов или разных материалов, взятых из общей партии; располагают квалифицированными операторами; используют оборудование одинакового типа; проводят испытания согласно стандартному методу в одной или большем числе лабораторий.

$$y_i = \mu_0 + \mu_j + \Sigma(b) + \Sigma(e) + \Sigma(B) + \Sigma(E), \quad (A2.1)$$

где:

$y_i$  – измеренное значение, полученное в определённое время ( $i$ ) при участии квалифицированных операторов и использовании надлежащего оборудования в одной лаборатории или на одном участке (из общего числа лабораторий  $p$ );

$\mu_0$  – константа (среднее значение), обозначающая обычную величину измеряемого параметра при конкретном испытании;

$\mu_j$  – константа (среднее значение), характерная для материала/класса объектов ( $j$ );

$\Sigma(b)$  – (алгебраическая) сумма ряда компонентных систематических отклонений в ходе процесса получения материала/класса объекта ( $j$ );

$\Sigma(e)$  – (алгебраическая) сумма ряда компонентных случайных отклонений в ходе процесса получения материала/класса объекта ( $j$ );

$\Sigma(B)$  – (алгебраическая) сумма ряда компонентных систематических отклонений для измерения ( $i$ ), выполненного измерительной системой;

$\Sigma(E)$  – (алгебраическая) сумма числа компонентных случайных отклонений для измерения ( $i$ ), выполненного измерительной системой.



A2.2.2 По альтернативной методике используют один член уравнения  $\mu$  ( $\mu_r$ ) вместо  $\mu_o + \mu_j$ . Характеристики, выраженные членами уравнения  $\mu_o$  и  $\mu_j$ , включены в  $\mu_r$ . Уравнение A2.1 показывает, что значение  $y_i$  зависит от членов уравнения трёх типов: (1) констант (средних значений по совокупности); (2) систематических отклонений и (3) случайных отклонений.

### A2.3 Формат специфической модели

A2.3.1 Модель более удобной формы получают, выразив уравнение A2.1 в виде уравнения A2.2, в котором суммирование обобщённого типа заменены серией типичных отдельных членов уравнения или компонентами, подходящими для межлабораторных испытаний ряда разных классов объектов или материалов в течение определённого периода времени.

$$y_i = \mu_o + \mu_j + \Sigma(b) + \Sigma(e) + B_L + B_M + B_{OP} + B_G + E_B + E_W, \quad (A2.2)$$

где:

$B_L$  – систематическое отклонение, характерное для одной лаборатории или локальной базы проведения испытания;

$B_M$  – систематическое отклонение, характерное для конкретного прибора или машины;

$B_{OP}$  – систематическое отклонение при проведении испытания определённым оператором (операторами);

$B_G$  – обобщённое систематическое отклонение, учитывающее другие систематические факторы;

$E_B$  – межлабораторное (расширенная база проведения испытания) случайное отклонение;

$E_W$  – внутрилабораторное (локальная база проведения испытания) случайное отклонение.

$B_L$  – только межлабораторное систематическое отклонение.  $B_M$ ,  $B_{OP}$  и  $B_G$  могут быть межлабораторными или внутрилабораторными компонентами в зависимости от программы испытаний, т. е. в зависимости от того, являются ли эти компоненты частью выбранного испытания по определению внутрилабораторной сходимости. Межлабораторное случайное отклонение,  $E_B$ , обычно представляет собой сумму ряда подкомпонентов, представляющих типичные источники межлабораторной изменчивости.

$$E_B = E_L + E_M + E_{OP} + E_G, \quad (A.2.3)$$

где:

$E_L$  – случайное отклонение, связанное с определённой лабораторией/участком;

$E_M$  – случайное отклонение, возникшее при использовании конкретного прибора или машины;

$E_{OP}$  – случайное отклонение, обусловленное навыками оператора;

$E_G$  – обобщённое случайное отклонение, учитывающее другие случайные факторы.

Внутрилабораторное случайное отклонение,  $E_W$ , может также представлять собой сумму ряда подкомпонентов, связанных с неодинаковыми навыками операторов, разными приборами/машинами одной конструкции, если такие факторы являются частью программы испытания помимо периода времени, отведённого для оценки сходимости. Типичными отклонениями, обозначенными как  $B_G$  и  $E_G$ , могут быть систематические и случайные компоненты, обусловленные разными температурами, длительным периодом времени испытания (год) и т. п.

A2.3.2 Члены уравнения  $\mu_o + \mu_j$  – В отсутствие систематических и случайных отклонений любого типа отдельно измеренные значения при испытании ряда материалов/классов объектов представляли бы собой сумму двух членов уравнения:  $\mu_o + \mu_j$ . Член уравнения  $\mu_o$  – общая величина измеряемого параметра. Каждый материал/класс объекта из группы материалов/классов объектов, подвергающихся испытанию при выполнении программы, характеризовался бы значением  $\mu_j$ , которое обусловило бы получение разных сумм от сложения двух параметров ( $\mu_o + \mu_j$ ). Эта сумма была бы истинным значением, полученным при испытании в отсутствие отклонений.

A2.3.3 Отклонения, обусловленные процессом производства  $\Sigma(b) + \Sigma(e)$  – Для материалов/классов объектов всегда характерна некоторая систематическая и случайная изменчивость, обусловленная процессом их производства. Такие систематические и случайные отклонения, число которых, как правило, неизвестно, обозначены как  $\Sigma(b) + \Sigma(e)$ . Надлежащий отбор проб и планы проведения повторяющихся испытаний позволяют сократить случайные компоненты до установленного уровня, но не понижают систематические компоненты, а только подтверждают достоверность установленной величины этих эффектов, если есть эталонные материалы. Для понижения/исключения отклонения



требуются (1) специальные программы испытаний, направленные на выявление и устранение причин, либо (2) документированная методика введения поправки, исключающей отклонение. При проведении большей части ИТР, связанных с оценкой прецизионности методов испытаний, особое внимание уделяют снижению колебания в партиях испытываемых материалов до определённого минимального уровня, т.е. обеспечению, по возможности, высокой однородности материалов. Любая остаточная изменчивость, обусловленная процессом производства, суммируется с изменчивостью, обусловленной измерением, или базовой прецизионностью, определённой в ходе ИТР.

**A2.3.4 Систематические отклонения, обусловленные измерением** – Существует два класса систематических отклонений: *локальные* и *расширенные*. Локальное систематическое отклонение – постоянное отклонение, характерное для определённых специфических условий в пределах расширенной базы проведения испытаний, например, для одной испытательной машины/одной лаборатории, из большого числа машин/лабораторий. Такие систематические отклонения являются основным компонентом межлабораторных расхождений, т.е. в одной лаборатории или при использовании определённого испытательного прибора всегда получают более низкие/высокие значения, чем в других лабораториях или при использовании других испытательных приборов.

**A2.3.4.1** Когда база испытания включает большое число машин/лабораторий, локальные систематические отклонения могут быть переменными (плюсовыми/минусовыми) отклонениями, специфическими для каждой из этих машин/лабораторий. При этом распределение может быть случайным с нулевым средним при длительном испытании/неслучайным конечным с ненулевым средним. Расширенное систематическое отклонение представляет собой либо (1) постоянное отклонение, применимое для всей базы проведения испытания и характерное для типового условия, общего для базы испытания, либо (2) неустранимое отклонение, связанное с определённой конструкцией испытательного прибора. Хотя возможно наличие более одного расширенного систематического отклонения, обычно считают, что расширенные систематические отклонения не имеют распределительной характеристики.

**A2.3.4.2** Систематические отклонения, постоянные в условиях одного комплекса причин, могут переменными при другом комплексе причин и наоборот. Для примера рассмотрены систематические отклонения  $V_L$  и  $V_M$ , применимые для большей части испытаний разных типов. В конкретной лаборатории в условиях применения одной испытательной машины систематические отклонения  $V_L$  и  $V_M$  были бы постоянными. При использовании нескольких испытательных машин одинаковой конструкции в одной лаборатории  $V_L$  было бы постоянным, а  $V_M$  – переменным, т.к. на каждой машине потенциально получают специфическое значение. В случае базы проведения испытания, включающей несколько лабораторий, в каждой из которых используется одна машина,  $V_L$  и  $V_M$  были бы переменными для базы, но постоянными для комплекса причин в каждой лаборатории. При проведении испытания на основе любой базы может быть одно или большее число обобщённых систематических отклонений,  $V_G$ . Они отражают эффекты специфических систематических отклонений, не связанных с испытательными машинами, операторами и лабораториями.

**A2.3.5 Случайные отклонения, обусловленные измерением** – Такие отклонения или компоненты, часто называют ошибкой. Случайные отклонения – плюсовые/минусовые значения с ожидаемым нулевым средним при длительном испытании. Как показано на примере уравнения A2.2, существуют три потенциальных источника случайных отклонений: лаборатории, испытательные машины и операторы помимо особого случая, когда ещё один источник (обобщённый источник) является важным фактором. Принято допущение о приближённо нормальном распределении случайных отклонений, но на практике обычно бывает достаточным одновершинное распределение. Значение каждого случайного отклонения влияет на  $y_i$ , определённое при отдельном измерении. Однако в длительных испытаниях, когда значения  $y_i$  усредняются по результатам большого числа измерений, влияние случайных отклонений можно значительно понизить/исключить в зависимости от отбора проб и плана повторяющихся испытаний, т.к. в таких испытаниях каждое случайное отклонение усредняется до нуля (или приближённо до нуля), а среднее  $y_i$  оказывается, практически, без отклонения.

**A2.3.6 Новый член уравнения  $M(j)$**  – В любых программах с большим числом повторяющихся наблюдений (с повторным получением и испытанием материалов) средние значения представляют собой оценки нового комбинированного члена уравнения:

$$M(j) = [\mu_0 + \Sigma(b) + \Sigma(B)] + \mu_j \quad (A2.4)$$



$M(j)$  – среднее значение для материала/класса объектов, испытанного в одной лаборатории,  $j$ , с участием конкретных операторов и при использовании определённого оборудования в текущий период времени. Оно содержит систематические компоненты или потенциальные систематические компоненты для всех перечисленных условий. Если все систематические отклонения постоянны для какой-либо программы, три члена уравнения, указанные в скобках, можно считать константой. Среднее значение, получаемое при испытании, изменяется для каждого из испытанных материалов/классов объектов из-за изменения  $\mu_j$ . Если систематические отклонения изменяются в системе, то и  $\mu_j$  и систематические отклонения оказывают влияние на среднее значение, получаемое для каждого испытываемого материала.

## A2.4 Оценка дисперсии для процесса и измерения

A2.4.1 Уравнение A2.1 можно использовать для иллюстрации, как дисперсия отдельных измерений соотносится с членами (компонентами) уравнения. Как указывалось выше,  $\mu_0$  и  $\mu_j$  – константы;  $\Sigma(b)$  и  $\Sigma(e)$  – сумма, соответственно, систематических и случайных компонент для измерения во время испытания. Величина отдельных компонент, как правило, неизвестна, и уравнение можно упростить, объединив систематические и случайные компоненты для обоих источников:  $\Sigma(b,e)$  – сумма систематических и случайных компонент для процесса производства;  $\Sigma(B,E)$  – сумма систематических и случайных компонент для процесса измерения.

$$y_i = \mu_0 + \mu_j + \Sigma(b,e) + \Sigma(B,E) \quad (\text{A2.5})$$

Дисперсию отдельного измерения,  $y_i$ , обозначенную как  $s^2(y_i)$  определяют по уравнению:

$$s^2(y_i) = [\Sigma \text{Var}(b,e)] + [\Sigma \text{Var}(B,E)], \quad (\text{A2.6})$$

где:

$[\Sigma \text{Var}(b,e)]$  - дисперсия, представляющая собой сумму систематических и случайных дисперсий, для процесса производства;

$[\Sigma \text{Var}(B,E)]$  - дисперсия, представляющая собой сумму систематических и случайных дисперсий, для процесса измерения.

Уравнение A2.6 можно упростить:

$$s^2(y_i) = s^2(\text{tot}) = s^2(p) + s^2(m) \quad , \quad (\text{A2.7})$$

где:

$s^2(\text{tot})$  – общая дисперсия по материалам/классам объектов, использованным в программе испытаний;

$s^2(p)$  – дисперсия, обусловленная процессом производства;

$s^2(m)$  - дисперсия, обусловленная процессом измерения.

## A2.5 Зависимость между систематическими/случайными отклонениями и прецизионностью измерения

A2.5.1 *Межлабораторная изменчивость* – Расширенная серия членов уравнения с обозначением  $B$  (уравнение A2.2) позволяет установить потенциальные источники систематического отклонения, обусловленного измерением, при любой базе проведения испытания. Однако для выражения результатов межлабораторных испытаний в зависимости от членов уравнения с обозначением  $B$  удобно использовать обобщённый показатель, обозначенный как  $B(\text{Tot})$ .  $B(\text{Tot})$  – алгебраическая сумма всех членов уравнения с обозначением  $B$ . Дисперсия  $B(\text{Tot})$  – межлабораторная систематическая дисперсия. Когда проводится анализ результатов программы межлабораторных испытаний по определению прецизионности, общая межлабораторная дисперсия,  $S^2_L$ , – сумма межлабораторной систематической дисперсии и общей межлабораторной случайной дисперсии, обусловленной членами уравнения  $E_B$ , которая обозначена как  $E_B(\text{Tot})$ .  $E_B(\text{Tot})$  – сумма дисперсий всех случайных межлабораторных отклонений ( $E_B$ ), как выражено в уравнении A2.2. Таким образом:

$$\text{Var}[B(\text{Tot})] + \text{Var}[E_B(\text{Tot})] = S^2_L, \quad (\text{A2.8})$$

где:



$S^2_L$  – межлабораторная дисперсия, определённая для ИТР по уравнению A2.9:

$$S^2_L = S^2(Y_i) - (S^2_r/n), \quad (A2.9)$$

где:

$S^2(Y_i)$  – дисперсия средних по ячейкам для всех лабораторий;  $(Y_i)$  – среднее по ячейкам для любой лаборатории,  $i$ ;

$S^2_r$  – дисперсия внутри ячейки, усреднённая для всех лабораторий, скорректированная или делённая на  $n$  (число значений на ячейку) с целью выражения дисперсий на эквивалентной основе средних значений (средние  $n$  значений).

Как показано уравнением A2.9,  $S^2_L$  – специальная вычисленная дисперсия, не включающая случайную внутрилабораторную изменчивость.

**A2.5.2 Внутрилабораторная изменчивость** – В ходе повторных испытаний определённого материала или при заданном уровне в любой лаборатории (в условиях определённой базы) получают серию значений при измерениях и серию значений для  $E_w$ . Внутрилабораторную дисперсию,  $S^2_w$  определяют по уравнению A2.10:

$$\text{Var}[E_w] = S^2_w \quad (A2.10)$$

При оценке и анализе прецизионности стандартных методов испытаний принято допускать, что значения  $S^2_w$  приблизительно равны во всех лабораторий. Исходя из этого допущения, отдельные значения  $S^2_w$  (одно значение для каждой лаборатории по каждому материалу) могут быть усреднены для получения совокупного или общего значения, репрезентативного для всех лабораторий. Таким образом, для каждого материала/уровня  $S^2_w$  – значение, общее для всех лабораторий, принимающих участие в ИТР, при условии, что в них используется надлежащий метод испытания. Однако практика показала, что даже опытные лаборатории имеют разную квалификацию и используют разные внутренние методики контроля при проведении испытаний.

**A2.5.3 Различия между практическим опытом и общим профессионализмом лабораторий** могут быть учтены при использовании внутрилабораторного обобщённого случайного отклонения  $E_{WG}$ , что позволяет более точно определить внутрилабораторную дисперсию:

$$\text{Var}[E_w] + \text{Var}[E_{WG}] = S^2_w(\text{sp}). \quad (A2.11)$$

Член уравнения  $S^2_w(\text{sp})$ , являющийся специфической внутрилабораторной дисперсией, равен сумме общей внутрилабораторной дисперсии, присущей испытанию,  $E_w$ , и ещё одной компоненты дисперсии, характерной для конкретной лаборатории. Дисперсия, связанная с  $E_{WG}$ , практически, равна нулю в хорошо управляемых лабораториях с высоким уровнем профессионализма. Допуская потенциальное наличие  $E_{WG}$  среди лабораторий, определяют дисперсию сходимости,  $S^2_r$ , по уравнению A2.12:

$$\text{Var}[E_w] + \text{Var}[E_{WG}] = S^2_r, \quad (A2.12)$$

где:

$S^2_r$  – усреднённое значение по всем лабораториям для любого материала или уровня, причём значение для каждой отдельной лаборатории имеет степени свободы  $(n-1)$ , где  $n$  – число повторных испытаний.

**A2.5.4 Полная межлабораторная и внутрилабораторная вариация (изменчивость)** – Полная объединённая вариация результатов межлабораторных и внутрилабораторных испытаний, полученных за любое выбранное время, определяемая как дисперсия воспроизводимости и обозначаемая как  $S^2_R$ , представляет собой сумму четырёх потенциальных источников вариации.

$$\text{Var}[B(\text{Tot})] + \text{Var}[E_B(\text{Tot})] + \text{Var}[E_w] + \text{Var}[E_{WG}] = S^2_R \quad (A2.13)$$





Оценка дисперсии  $S^2_R$  равна полной вариации всех значений по каждому материалу (или уровню), использованному в ИТР. Как уже говорилось выше,  $B(Tot)$  отражает число потенциальных источников межлабораторного систематического отклонения. Опыт межлабораторных испытаний показал, что порядок следования членов уравнения A2.13 слева направо соответствует приближенному порядку величины их значений.

**A2.5.5 Определение сходимости и воспроизводимости** – Сходимость и воспроизводимость равны диапазону или интервалу, представляющему собой специфическое кратное соответствующему среднеквадратическому отклонению. Сходимость,  $r$ , и воспроизводимость,  $R$ , определяют, как указано ниже:

$$\text{Сходимость} = r = \varphi (2)^{1/2} S_r \quad (\text{A2.14})$$

$$\text{Воспроизводимость} = R = \varphi (2)^{1/2} S_R \quad (\text{A2.15})$$

Член уравнения  $(2)^{1/2}$  необходим в связи с тем, что  $r$  и  $R$  определяют как максимальную разность между двумя результатами однократных испытаний, которую можно ожидать на основе случайного отклонения только при 5%-ном уровне вероятности или 95%-ном доверительном уровне. Дисперсия разности  $(x_1 - x_2)$  для двух значений, взятых произвольно из совокупности, равна сумме дисперсий для значений  $x$ , взятых по одному из этой же совокупности. Поскольку существует два значения  $x$ , сумма дисперсий представляет собой просто дисперсию значений  $x$ , умноженную на два, а корень квадратный переводит этот член уравнения на основу среднеквадратического отклонения.

**A2.5.5.1** Таким образом,  $[(2)^{1/2} S_R]$  - среднеквадратическое отклонение разностей. Коэффициент  $\varphi$  зависит от общих степеней свободы при оценке любого из среднеквадратических отклонений и от формы распределения членов уравнения, связанных с переменными систематическими отклонениями, и членов уравнения с обозначением  $E$ . Обычно принимают следующие допущения: (1) одновершинные распределения; (2) достаточное число результатов испытаний ( $\sim 20$ ); (3) уровень вероятности  $p = 0,05$  или 95%-ный доверительный уровень. При таких допущениях значение  $\varphi$  подобно значению  $t$  или составляет  $\sim 2,0$ . Отсюда упрощенные выражения для  $r$  и  $R$  принимают следующий вид:

$$\text{Сходимость} = r = 2,83 S_r \quad (\text{A2.16})$$

$$\text{Воспроизводимость} = R = 2,83 S_R \quad (\text{A2.17})$$

## **A3. Вычисление статистических показателей $h$ и $k$ для определения согласованности данных**

### **A3.1 Общие сведения**

**A3.1.1** Результаты испытаний, полученные в ходе выполнения типовой ИТР и внесённые в Таблицу 2 и Таблицу 3, могут содержать резко отклоняющиеся значения по ячейкам. Представленные данные анализируют, принимая решение по методике обработки выявленных резко отклоняющихся значений. Анализ позволяет выявить одно, два или большее число потенциальных резко отклоняющихся значений, характеризующихся значительным расхождением со средним для определённого материала, включённого в базу данных. Все резко отклоняющиеся значения обрабатывают по одному из двух принципов: (1) исключение резко отклоняющихся значений с формированием базы данных меньшего объёма; (2) замена резко отклоняющихся значений по методике, позволяющей сохранить распределение данных, не относящихся к категории резко отклоняющихся.

**A3.1.2** В некоторых методиках исключение резко отклоняющихся значений базируется на разности между значением, наиболее отклоняющимся от среднего, и смежным значением. Такие методики применимы до тех пор, пока не появляются потенциальные резко отклоняющиеся значения в виде



пар с минимальным расхождением между парами, но со значительным расхождением со значением в базе данных, наиболее близким к среднему. Когда это происходит, подобные методики часто не позволяют идентифицировать значения, наиболее отклоняющиеся от среднего, и итеративный процесс исключения резко отклоняющихся значений прекращается.

A3.1.3 В разделах данной методики, связанных с определением обычной и специальной точности, для выявления резко отклоняющихся значений используют два параметра, называемые статистическими показателями согласованности данных ( $h$  и  $k$ ), разработанные Манделем и используемые в методике E691. Статистический показатель  $h$  служит для анализа межлабораторных средних по ячейкам с целью выявления резко отклоняющихся значений. Статистический показатель  $k$  используют для выявления резко отклоняющихся значений среди межлабораторных среднеквадратических отклонений по ячейкам.

## A3.2 Описание и вычисление статистического показателя $h$

A3.2.1 *Значение  $h$*  – Статистический показатель  $h$ , служащий для оценки согласованности межлабораторных средних по ячейкам, вычисляют, используя средние по ячейкам по всем лабораториям для каждого материала или уровня,  $q$ , в ИТР:

$$h = d/S (Y_{AV}), \quad (A3.1)$$

где:

$$d = Y_{AV} (i) - Y_{AV}$$

$Y_{AV} (i)$  – среднее внутри отдельной ячейки для лаборатории ( $i$ );

$Y_{AV}$  – среднее по всем ячейкам для любого материала;

$S(Y_{AV})$  – среднеквадратическое отклонение средних по ячейкам для любого материала или уровня,  $q$ , по всем лабораториям.

Значение  $h$  – отношение отклонения,  $d$ , среднего по каждой отдельной ячейке для лаборатории от среднего по всем ячейкам для всех лабораторий к среднеквадратическому отклонению средних по ячейкам по всем лабораториям. Значение  $h$  можно рассматривать как нормированную случайную величину (или  $z$ -функцию) с нулевым средним. Высокие значения  $h$  (плюсовые/минусовые) указывают на значительное отклонение от общего нулевого среднего в кратных среднеквадратическому отклонению  $S(Y_{AV})$ .

A3.2.2 *Вычисление критических значений  $h$*  – Значения  $h$ , вычисленные по каждому материалу для каждой лаборатории, анализируют на предмет превышения определённого критического значения. Если вычисленный показатель  $h$  превышает критическое значение  $h$ ,  $h(crit)$ , то это указывает на то, что оно представляет резко отклоняющееся значение. Значение внутри ячейки, для которого было вычислено  $h$ , превышающее  $h(crit)$ , подвергают обработке как резко отклоняющееся. Значение  $h(crit)$ , зависящее от числа лабораторий в ИТР и уровня вероятности/значимости, вычисляют по нижепредставленному уравнению.

$$h(crit) = (p-1) t / [p(t^2 + p - 2)]^{1/2}, \quad (A3.2)$$

где:

$p$  – число лабораторий в ИТР;

$t$  –  $t$ -распределение при выбранном уровне значимости с  $df = (p-2)$ , двустороннее значение;

$df$  – степени свободы.

## A3.3 Описание и вычисление статистического показателя $k$

A3.3.1 *Значение  $k$*  – Статистический параметр  $k$ , служащий для оценки согласованности среднеквадратических отклонений внутри ячеек, показывает соответствие внутрилабораторного среднеквадратического отклонения по отдельной ячейке в любой выбранной лаборатории общему (или усреднённому по всем лабораториям) среднеквадратическому отклонению по ячейкам. Обычный подход к критериям значимости для статистических данных об изменчивости заключается в



использовании  $F$ -отношения, представляющим собой отношение двух дисперсий. Однако значение  $k$  выражают как отношение двух среднеквадратических отклонений, поскольку это отношение проще понять при анализе данных. Значение  $k$  определяют, как описано ниже.

A3.3.2 При использовании  $F$ -отношения значимость дисперсии по любой отдельной ячейке при сравнении с усреднённой дисперсией по всем ячейкам (для любого материала), исключая анализируемую ячейку, определяют по следующему уравнению:

$$F = S^2_{(i)} / [ \sum S^2_{(p-i)} / (p - 1) ], \quad (A3.3)$$

где:

$S^2_{(i)}$  – дисперсия внутри ячейки, анализируемая на потенциальную значимость, в лаборатории (i);

$\sum S^2_{(p-i)}$  – сумма дисперсий по ячейкам, исключая ячейку лаборатории (i);

$p$  – число лабораторий в ИТР.

Значение  $k$  вычисляют по уравнению A3.4 для каждого материала:

$$k = S(i) / S_r, \quad (A3.4)$$

где:

$S(i)$  – среднеквадратическое отклонение внутри ячейки в лаборатории (i);  $S_r$  – усреднённое среднеквадратическое отклонение по ячейкам (по всем лабораториям), представляющее собой первоначально вычисленное среднеквадратическое отклонение сходимости (уравнение A3.5).

A3.3 *Вычисление критического значения  $k$*  – Вывод формулы вычисления критического значения  $k$ ,  $k(crit)$ , представлен ниже. Дисперсию сходимости определяют по формуле A3.5:

$$S^2_r = [ \sum S^2_{(p-i)} + S^2_{(i)} ] / p \quad (A3.5)$$

Объединив уравнения A3.3, A3.4 и A3.5, получают уравнение A3.6:

$$k = \sqrt{ [ p / (1 + (p - 1)) / F ] }^{1/2} \quad (A3.6)$$

Степени свободы,  $df$ , для  $F$  в уравнении A3.6 составляют  $(n - 1)$  для числителя и  $(p-1)(n-1)$  для знаменателя ( $n$  – число повторных испытаний на ячейку). Уравнение A3.6 может быть использовано для вычисления  $k(crit)$  при любых значениях  $p$  и  $n$  в условиях заданного уровня значимости, ссылаясь на критическое значение  $F$  при значениях  $df$ , указанных для числителя и знаменателя.

#### A3.4 Выявление резко отклоняющихся значений на основе $h(crit)$ и $k(crit)$

A3.4.1 Значения  $h$  и  $k$ , вычисленные по уравнениям, соответственно, A3.1 и A3.4 и внесённые в таблицу для базы данных, сформированной по результатам ИТР, анализируют с целью выявления значений, превышающих критические значения  $h$  и  $k$ .

A3.4.2 Критические значения  $h$  и  $k$  при 2%-ном и 5%-ном уровне значимости ( $p=0,02$ ,  $p=0,05$ ) для разного числа лабораторий ( $p=3 - 30$ ) и повторных испытаний на ячейку ( $n = 2, 3$  или  $4$ ) представлены в Таблице A3.1. Эту таблицу используют в двухступенчатой методике анализа базы данных для выявления потенциальных резко отклоняющихся (Разделы 8 и 9).

Таблица A3.1 – Критические значения  $h$  и  $k$  при 2%-ном и 5%-ном уровне значимости

Число лабораторий = $\rho$	$h(\text{crit})$ при 5%-ном уровне значимости	$k(\text{crit})$ при 5%-ном уровне значимости в зависимости от $\rho$ и $n$			Число лабораторий = $\rho$	$h(\text{crit})$ при 2%-ном уровне значимости	$k(\text{crit})$ при 2%-ном уровне значимости в зависимости от $\rho$ и $n$		
		$n = 2^A$	$n = 3^A$	$n = 4^A$			$n = 2^A$	$n = 3^A$	$n = 4^A$
3	1,15	1,65	1,53	1,45	3	1,15	1,69	1,59	1,52
4	1,42	1,76	1,59	1,50	4	1,47	1,85	1,68	1,59
5	1,57	1,81	1,62	1,53	5	1,67	1,94	1,74	1,67
6	1,66	1,85	1,64	1,54	6	1,80	2,00	1,77	1,65
7	1,71	1,87	1,66	1,55	7	1,89	2,04	1,79	1,67
8	1,75	1,88	1,67	1,56	8	1,95	2,07	1,80	1,68
9	1,78	1,90	1,68	1,57	9	2,00	2,09	1,83	1,69
10	1,80	1,90	1,68	1,57	10	2,00	2,11	1,84	1,70
11	1,82	1,91	1,69	1,58	11	2,07	2,12	1,84	1,70
12	1,83	1,92	1,69	1,58	12	2,09	2,13	1,85	1,71
13	1,84	1,92	1,69	1,58	13	2,11	2,14	1,86	1,72
14	1,85	1,92	1,70	1,59	14	2,13	2,15	1,86	1,73
15	1,86	1,93	1,70	1,59	15	2,14	2,16	1,87	1,73
16	1,86	1,93	1,70	1,59	16	2,15	2,16	1,87	1,73
17	1,87	1,93	1,70	1,59	17	2,16	2,17	1,87	1,73
18	1,88	1,93	1,71	1,59	18	2,17	2,18	1,88	1,73
19	1,88	1,93	1,71	1,59	19	2,18	2,18	1,88	1,74
20	1,89	1,94	1,71	1,59	20	2,19	2,18	1,88	1,74
21	1,89	1,94	1,71	1,60	21	2,20	2,18	1,88	1,74
22	1,89	1,94	1,71	1,60	22	2,20	2,19	1,88	1,74
23	1,90	1,94	1,71	1,60	23	2,21	2,19	1,89	1,74
24	1,90	1,94	1,71	1,60	24	2,21	2,19	1,89	1,74
25	1,90	1,94	1,71	1,60	25	2,22	2,19	1,89	1,74
26	1,90	1,94	1,71	1,60	26	2,22	2,20	1,89	1,74
27	1,91	1,94	1,71	1,60	27	2,23	2,20	1,89	1,74
28	1,91	1,94	1,71	1,60	28	2,23	2,20	1,89	1,74
29	1,91	1,94	1,72	1,60	29	2,23	2,20	1,90	1,74
30	1,91	1,94	1,72	1,60	30	2,24	2,20	1,90	1,74

<sup>A</sup>  $n$  – число повторных испытаний каждого материала (уровня) на ячейку в каждой лаборатории.



## A4. Формулы вычисления с использованием электронных таблиц, рекомендуемая компоновка электронных таблиц и последовательность вычислений

### A4.1 Формулы вычисления

A4.1.1 В отсутствие специализированной компьютерной программы вычисления параметров прецизионности сходимость и воспроизводимость можно вычислить, используя типовые электронные таблицы и алгоритмы. Итоговые вычисления точности включают получение серии суммарных значений. Формулы расчёта приведены в данном разделе. В Разделе A4.2 представлены сведения по рекомендуемой компоновке электронных таблиц, используемых в вычислениях. В Разделе A4.3 даны рекомендации относительно порядка следования таблиц и проведения анализа. Рисунок 1 - древовидная схема решений, отражающая последовательность этапов анализа результатов межлабораторных испытаний ( $p$  – число лабораторий, принявших участие в ИТР).

ПРИМЕЧАНИЕ A4.1 – Вычисления для данного приложения были подготовлены при использовании программы Lotus 123. Допустимо применение любой вычислительной программы, но некоторые алгоритмы могут незначительно отличаться от алгоритмов, указанных в настоящем приложении.

A4.1.2 План ИТР однородного уровня,  $n=2$  – Каждая лаборатория, принимающая участие в ИТР, испытывает все выбранные материалы. Каждый материал подвергают двукратному испытанию ( $n=2$ ). Суммирование выполняются по всем лабораториям:

$$T_1 = \sum Y_{AV}, \quad (A4.1)$$

где:

$Y_{AV}$  – среднее по ячейке для лаборатории (i).

$$T_2 = \sum (Y_{AV})^2 \quad (A4.2)$$

$$T_3 = \sum (w)^2, \quad (A4.3)$$

где:

$w$  – диапазон значений по ячейке, лаборатория (i).

(только при  $n=2$ )

$$T_4 = \sum (S)^2, \quad (A4.4)$$

где:

$S$  – среднеквадратическое отклонение по ячейке, лаборатория (i).

В вычислениях, представленных ниже, используют  $T_3$  или  $T_4$ .

$$S^2_r = T_3/2p = T_4/p \quad (A4.5)$$

$$S^2_L = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [S^2_r/2] \quad (A4.6)$$

$$S^2_R = S^2_L + S^2_r \quad (A4.7)$$

$$M_{AV} = T_1/p \text{ (среднее по материалу для всех лабораторий)} \quad (A4.8)$$

$$r = 2,83(S^2_r)^{1/2} = \text{сходимость} \quad (A4.9)$$

$$R = 2,83(S^2_R)^{1/2} = \text{воспроизводимость} \quad (A4.10)$$

A4.1.3 Для любого ИТР, проводимого при  $n>2$ , но при постоянном числе повторных испытаний на ячейку по каждому материалу вычислительные уравнения идентичны уравнениям A4.1 – A4.10, исключая следующее: (1) значение  $n$  используют вместо цифры 2 в последнем члене уравнения A4.6; (2)  $T_3$  не вычисляют, а значение  $S^2_r$  определяют, используя выражение  $T_4/p$  из уравнения A4.5.

A4.1.4 При проведении ИТР с неодинаковым числом повторных испытаний на ячейку используют нижеуказанные формулы расчёта.





$$T_5 = \sum [ (n_i) (Y_{AV})_i ], n_i - \text{число повторных испытаний на ячейку } i \quad (\text{A4.11})$$

$$T_6 = \sum (n_i) (Y_{AV})_i^2 \quad (\text{A4.12})$$

$$T_7 = \sum (n_i) \quad (\text{A4.13})$$

$$T_8 = \sum (n_i)^2 \quad (\text{A4.14})$$

$$T_9 = \sum (n_i - 1)(S^2_i), \quad (\text{A4.15})$$

где:

$S^2_i$  – дисперсия на ячейку  $i$ .

$$S^2_r = T_9 / (T_7 - p) \quad (\text{A4.16})$$

$$S^2_L = \left\{ \left| \frac{T_6}{T_7} - \frac{(T_5)^2}{T_7^2} \right| - S^2_r \right\} / \left\{ \frac{T_7(p-1)}{(T_7)^2 - T_8} \right\} \quad (\text{A4.17})$$

$$S^2_R = S^2_L + S^2_r \quad (\text{A4.18})$$

$$M_{AV} = T_5 / T_7 \quad (\text{A4.19})$$

Вычисляют  $r$  и  $R$  по уравнениям A4.9 и A4.10.

## A4.2 Компоновка таблиц для электронных вычислений

A4.2.1 *Компоновка таблиц* – В данном разделе представлен перечень таблиц с кратким описанием существующей между ними связи, необходимых для автоматического выполнения всех вычислений с целью определения  $r$  и  $R$  после компоновки таблиц и формирования основной таблицы данных. Рассмотрена схема компоновки таблиц для плана эксперимента однородного уровня при  $n=2$ . Описание касается, главным образом, этапа 1 анализа. Выявление резко отклоняющихся значений на этапе 1 обуславливает необходимость вычислительных операций этапа 2 и, возможно, этапа 3. Для полного понимания двух дополнительных этапов следует тщательно изучить Приложение A6, в котором дан подробный пример оценки прецизионности с указаниями по дополнительным вычислениям.

A4.2.2 В Приложении A4 таблицы обозначены как A4.1, A4.2 и т.д. Каждая из этих таблиц необходима для выполнения определённого вычисления. Незаполненные иллюстративные таблицы не включены в это приложение, но пользователь может найти соответствующие таблицы надлежащего формата в Приложении A6 с данными из примера по определению прецизионности метода оценки вязкости по Муни. Таким образом, когда речь идёт о Таблице A4.1, следует найти Таблицу A6.1 в Приложении A6, которая иллюстрирует формат таблицы и содержит фактические данные. Формат таблиц, начиная с Таблицы A4.1, отличается от формата Таблиц 2 и 3, описанных в основном тексте методики. Отличие заключается в том, что таблицы Приложения A4 сдвоены, т.е. результаты представлены рядом, что упрощает просмотр результатов и вычисленных параметров по мере ввода и обработки данных.

A4.2.3 При проведении любой ИТР потенциально возможны 3 этапа анализа данных. Фактическое число этапов зависит от качества и однородности результатов, представленных в базе данных. Выявление резко отклоняющихся значений на этапе 1 сопровождается выполнением этапа 2 и, возможно, этапа 3. Каждый этап анализа должен выполняться на отдельной странице или в отдельном окне с ярлычком компьютерной вычислительной программы, что упрощает проведение операций и позволяет избежать путаницы. Выявленные резко отклоняющиеся значения подлежат обработке по одному из двух вариантов с последующим продолжением анализа.

A4.2.3.1 *Вариант 1 – Исключение резко отклоняющихся значений из ячейки* – Самым простым способом обработки резко отклоняющихся значений является их исключение из базы данных в формате Таблицы A4.1. Подробное описание дано в пункте A4.3.2.

A4.2.3.2 *Вариант 2 – Замена резко отклоняющихся значений подстановочными значениям* – В случае выбора этого варианта подстановочные значения вычисляют по методикам, описанным в Приложении A5. Вариант 2 более трудоёмок, но может быть единственным для ограниченной базы данных ИТР, в которой участвует небольшое число лабораторий.

A4.2.4 Три потенциальных этапа анализа описаны в Разделах 8–10. В отсутствие резко отклоняющихся значений выполняют только этап 1. При выявлении резко отклоняющихся значений могут потребоваться этапы 2 и 3 в зависимости от содержания резко отклоняющихся значений в базе



данных. Описание таблиц дано для этапа 1 анализа, который представляет собой первую серию вычислений для любой ИТР (Раздел 8) с последующим возможным исключением несогласующихся значений как резко отклоняющихся.

A4.2.4.1 Термин *ячейка* используют в двух разных контекстах. Это может быть область пересечения строки и столбца в электронной таблице, а также комбинация лаборатории и материала как в случае Таблицы 1, формируемой при проведении ИТР (основной текст методики). Когда имеется в виду *ячейка* электронной таблицы, слово выделяют курсивом. Во многих случаях этот термин используют в двойственном значении: ячейка Таблицы 1 представляет собой также ячейку электронной таблицы.

A4.2.4.2 Как указано ниже, Таблица A4.1 может содержать пустые *ячейки*. Все заполненные *ячейки* должны включать определённое число результатов повторных испытаний, установленное в плане ИТР. При проведении большей части ИТР по оценке обычной точности  $n = 2$ , т.е. каждая ячейка должна содержать два значения. При проведении некоторых ИТР исходная база данных может быть сформирована в условиях, когда одна или большее число лабораторий представляют только одно значение по какому-либо материалу. Частичные данные лабораторий, принимающих неполное участие в ИТР, не могут быть использованы, т.к. для вычислительной программы требуется, чтобы все ячейки Таблицы A4.1 (для этапов 1, 2, 3 анализа) были однородными, т.е. содержали необходимое число результатов повторных испытаний, или были пустыми.

№ и название таблицы	Описание
Таблица A4.1 – Базовые данные, полученные при проведении ИТР	Таблица в формате базовой Таблицы 1, описанной в основном тексте методики. В строках указаны порядковые № лабораторий; в столбцах для внесения одного/двух значений, полученных при повторяющихся испытаниях, - материалы. Для любого материала требуются две колонки электронной таблицы. Каждая ячейка (с двумя колонками) таблицы, формируемой по данным ИТР, содержит два результата испытания. При подготовке всех других таблиц, помимо Таблицы A4.1, сохраняют аналогичные обозначения лабораторий и материалов по строкам и колонкам. Примером формата Таблицы A4.1 является Таблица A6.1, содержащая фактические данные, (Приложение A6).
Таблица A4.2 – Средние значения внутри ячеек и средние значения внутри ячеек, возведённые в квадрат	Сдвоенная таблица, в левой части которой указаны средние ячеек, а в правой - средние ячеек, возведённые в квадрат. В обеих частях таблицы сохранён формат строк и колонок (лаборатория-материал), существующий в Таблице A4.1. Суммарные значения вычисляют по каждому материалу: $T_1$ – сумма средних внутри ячеек; $T_2$ – сумма средних внутри ячеек, возведённых в квадрат. В левой части таблицы также вычисляют общее среднее по ячейкам (для всех лабораторий), дисперсию и среднеквадратическое отклонение средних внутри ячеек (по всем лабораториям). Примечание – При определении суммарных значений в любой из составных частей таблицы значимые цифры не округляют. Во всех вычислениях сохраняют 4 значимые цифры.
Таблица A4.3 – Отклонения средних по ячейкам, $d$ , и значения $h$ по ячейкам	Сдвоенная таблица, в левой части которой представлены отклонения средних внутри ячеек, $d$ , ( $d$ – среднее по ячейке ( $i$ ) - среднее по всем ячейкам). Значения $h$ внутри ячеек указаны в правой части таблицы. Анализируют значения $h$ ячеек и отмечают те из них, которые оказались значимыми при 5%-ном уровне, используя средства, подходящие для электронной таблицы: жирный/курсивный шрифт, штриховка, цветовое выделение. Вычисление значений $h$ описано в Приложении A3.
Таблица A4.4R – Диапазоны ячеек и диапазоны ячеек, возведённые в квадрат	Сдвоенная таблица для диапазонов ячеек (левая часть) и квадратов диапазонов ячеек (правая часть). Диапазоны ячеек определяют по Таблице A4.1. Используют подходящую вычислительную функцию (например, @IF или ABS) для преобразования отрицательных значений разности в положительные значения для ячеек Таблицы A4.4R. Рекомендуют определять средний диапазон по каждому материалу. Вычисляют сумму диапазонов ячеек, возведённых в квадрат, ( $T_3$ ) по каждому материалу.
Таблица A4.4S – Среднеквадратические отклонения и дисперсии внутри ячеек	Сдвоенная таблица для среднеквадратических отклонений по ячейкам (левая часть) и дисперсий внутри ячеек (правая часть). Вычисляют усреднённые среднеквадратические отклонения для каждой левосторонней колонки, а также усреднённые дисперсии и сумму дисперсий внутри ячеек ( $T_4$ ) для каждой правосторонней колонки.



Таблица A4.5 – Значения  $k$  внутри ячеек  
Одиночная таблица значений  $k$  внутри ячеек, вычисление которых описано в приложении A3. Каждый показатель  $k$ , равный или превышающий значение при 5%-ном уровне значимости, отмечают жирным/курсивным шрифтом.

Таблица A4.6 – Вычисления прецизионности  
Таблица, иллюстрирующая последовательность вычислений для определения параметров прецизионности. Вычисления выполняют отдельно по каждому материалу, отводя для него индивидуальный столбец. Вводят значения  $T_1$  и  $T_2$ , а также  $T_3$  или  $T_4$  путём связывания электронной Таблицы A4.6 с надлежащими предыдущими таблицами. Вычисление 1: определение  $(S_r)^2$  при использовании  $T_3$  или  $T_4$ . Вычисление 2: оценка  $(S_L)^2$  при использовании  $T_1$  и  $T_2$ . Вычисление 3: определение  $(S_R)^2$  на основе  $(S_L)^2$  и  $(S_r)^2$ . Вычисления 4 и 5: оценка, соответственно,  $g$  и  $R$ .

В нижней части Таблицы A4.6 приведены средние по материалу и среднеквадратические отклонения  $S_r$  и  $S_R$ . В подтаблице представлены результаты анализа, проводимого с целью выявления резко отклоняющихся значений при 5%-ном и 2%-ном уровне значимости на этапе 1, а также на этапах 2/3, если к ним прибегают. Эта подтаблица показывает лаборатории, представившие резко отклоняющиеся значения, выявленные по статистическим показателям  $h$  и  $k$ .

ПРИМЕЧАНИЕ – Значения  $n$  и  $p$  в Таблице A4.6 могут быть либо активными, либо в формате заполнения. Значение  $n=2$ . Значение  $p$  изменяется в зависимости от числа ячеек лабораторий, исключённых на основе анализа  $h$  или  $k$ . В случае активных значений  $p$  выполняют функцию счёта для значений по ячейкам из таблицы A4.5-R1-OD или A4.5-R2-OD (пункт A4.3.1) для каждого материала. В результате определяют число лабораторий, оставшихся после исключения резко отклоняющихся значений на основе анализа статистических показателей  $h$  и  $k$ . Результат подсчёта отображается в надлежащей ячейке Таблицы A4.6. В режиме заполнения значения вводят в Таблицу A4.6 вручную.

A4.2.5 *Установка вычислительной программы* – Вычисления для этапа 1 анализа начинают на листе 1 вычислительной программы. Первая серия вычислений основана на исходной базе данных. Для выполнения последующих операций анализа с полной серией повторных вычислений после исключения/замены резко отклоняющихся значений используют один/большее число дополнительных листов вычислительной программы. Вычисления ускоряются, если на экране происходит отображение одной таблицы. Для работы со следующей таблицей используют команду перехода на страницу вниз. Этапы 2 и 3 подробно описаны в Приложении A6.

A4.2.5.1 *Присоединение Таблицы A4.2 к Таблице A4.1* – Для лаборатории 1 и материала 1 применяют подходящую функцию оценки средних (например, функцию @ или AVERAGE) для вычисления среднего внутри ячейки 1 Таблицы A4.2, используя две соответствующие смежные ячейки в строке 1 Таблицы A4.1 в качестве табличного диапазона для определённого аргумента. Выполнив определения для всех левосторонних ячеек таблицы, вычисляют квадраты средних по ячейкам для всех ячеек правой части Таблицы A4.2 с помощью подходящего вычислительного алгоритма возведения в квадрат, используя средние по левосторонним ячейкам.

A4.2.5.2 *Присоединение Таблицы A4.3 к Таблице A4.2* – Из среднего ячейки по материалу 1 каждой лаборатории (левая часть таблицы A4.2) вычитают среднее по всем ячейкам, используя надлежащий вычислительный алгоритм, что позволяет определить  $d$ . Делят каждое вычисленное  $d$  на среднеквадратическое отклонение средних по всем ячейкам для оценки значения  $h$ . Выполняют эти операции для всех материалов. Вычисленное значение  $h$  вводят в соответствующую ячейку (строка-столбец) правой части Таблицы A4.3.

A4.2.5.3 *Присоединение Таблицы A4.4 к Таблице A4.1* – По лаборатории 1 и материалу 1 вычисляют среднеквадратическое отклонение для ячейки 1 Таблицы A4.4, используя два смежных значения из строки 1 (лаборатория 1–материал 1) Таблицы A4.1 в качестве табличного диапазона для соответствующего аргумента и определённую вычислительную функцию. Выполняют эту операцию для всех материалов или ячеек. Следует помнить, что при вычислении среднеквадратического отклонения делитель должен быть  $n-1$ , а не  $n$  ( $n$  – число значений, используемых в вычислениях среднеквадратического отклонения по каждому материалу). В терминологии табличных вычислений вычисление среднеквадратического отклонения часто обозначают как вычисление *среднеквадратического отклонения по выборке*. Среднеквадратическое отклонение внутри каждой ячейки возводят в квадрат с помощью соответствующего алгоритма. Результат вводят в надлежащую ячейку по дисперсии или правой части Таблицы A4.4.



**A4.2.5.4** *Присоединение Таблицы A4.5 к Таблице A4.4S* – Делят среднеквадратическое отклонение внутри каждой отдельной ячейки для материала 1 на усреднённое значение среднеквадратических отклонений по ячейкам (корень квадратный усреднённой дисперсии) для определения значения  $k$ . Выполняют эту операцию для всех материалов. Вычисленные значения  $k$  вводят в ячейки Таблицы A4.5.

**A4.2.5.5** *Присоединение Таблицы A4.6 к Таблицами A4.2, A4.4S или к Таблице A4.4R или к комбинации этих таблиц* – Используя табличную функцию или алгоритм, переносят суммарные значения  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$  или  $T_4$ , вычисленные для материала 1, либо комбинацию этих суммарных значений в Таблицу A4.6. Выполняют эту функцию для всех материалов. Каждое из переносимых суммарных значений указано в нижней части соответствующих столбцов в Таблицах A4.2, A4.4S, A4.4R. В вычислении 1 в Таблице A4.6 используют приведённую в ней формулу для определения каждого параметра для всех материалов, подвергавшихся испытанию в ИТР. В формуле должны применяться активные значения  $n$  и  $p$ , а также значения по материалам, взятые из Таблиц A4.2, A4.4S, A4.4R. Когда Вычисление 5 (Таблица A4.6) завершается, введение значения  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$  или  $T_4$  (либо их комбинаций) вместе со значениями  $n$  и  $p$  (путём соединения с предыдущими таблицами) сопровождается немедленным отображением результатов по всем промежуточным и итоговым вычислениям параметров прецизионности.

### **A4.3 Последовательность вычислений на основе базы данных для определения параметров прецизионности**

**A4.3.1** *Выявление резко отклоняющихся значений на этапе 1 анализа (лист 1)* – Как указывалось выше, этап 1 анализа или серии вычислений должен выполняться на листе 1 вычислительной программы. В случае выявления резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости базу данных пересматривают (п. 8.4 методики), исключив из неё резко отклоняющиеся значения или заменив их подставными значениями. На основе новой базы данных  $R1$  проводят этап 2 анализа на листе 2. Вычисления для базы данных  $R1$  выполняют путём копирования Таблиц A4.1 – A4.6 с активными значениями с листа 1 на лист 2 программы или копирования листа 1 с переименованием его в лист 2. Таблицы на листе 2 имеют обозначение (1) A4.1-R1-OR – A4.6-R1-OR в случае замены резко отклоняющихся значений или (2) A4.1-R1-OD – A4.6-R1-OD при исключении резко отклоняющихся значений.

**A4.3.2** *Обработка резко отклоняющихся значений на этапе 2 (лист 2): вариант 1 – Исключение резко отклоняющихся значений* – Операция исключения резко отклоняющихся значений может быть ускорена, если в распечатанной Таблице A4.1 отметить все ячейки, для которых были определены значения  $k$  или  $h$ , превышающие критические значения  $k$  или  $h$ . Данные исключают путём простого удаления значений из ячеек Таблицы A4.1, для которых были вычислены значения  $k$  или  $h$ , превышающие критические значения  $k$  или  $h$  при 5%-ном уровне значимости, т.е. из каждой подобной ячейки плана ИТР исключают оба значения, которые занимают две ячейки электронной таблицы. При проведении этой операции типовая вычислительная программа выводит на экран сообщение об ошибке (**ERROR**) в нескольких позициях Таблиц A4.2-R1-OD – A4.6-R1-OD. Сообщение **ERROR** используется ниже в тексте, как правило, в качестве специфического признака ошибки вычисления. Отображение этого сообщения обусловлено исключением одного или нескольких значений из Таблицы A4.1-R1-OD и некоторых других таблиц.

**A4.3.2.1** *Корректировка таблиц при отображении сообщения ERROR* – Сообщения **ERROR** отображаются в двух основных позициях: (1) в столбцах, служащих для ввода данных из вышерасположенных таблиц в той последовательности, в какой эти таблицы скомпонованы, т.е. для ввода значений, используемых для вычисления параметров, указываемых в столбцах (средние, среднеквадратические отклонения и т.п.); (2) в нижней части столбцов, где ранее были указаны средние, среднеквадратические отклонения и т.п. Корректировку таблиц начинают с пересмотра первой таблицы, содержащей ячейку, для которой отображено сообщение об ошибке. Корректировку начинают с первой таблицы, содержащей ячейку с сообщением **ERROR**. Корректируют ячейку с сообщением **ERROR**, служащую для ввода данных, а не ячейку, находящуюся в нижней части столбца. Корректировка ячейки для ввода данных сопровождается автоматическим исправлением вычисленного значения в нижней части столбца.

**A4.3.2.2** *Ячейка с сообщением ERROR, из которой исключены значения, остаётся пустой.* Операцию выполняют для всех таблиц, пока не исчезнут все сообщения об ошибках, а





соответствующие ячейки не станут пустыми. Нулевых значений не должно быть в этих ячейках. В результате получают скорректированные результаты вычислений по всем параметрам. Из всех таблиц исключают нулевые значения, которые могут появиться после удаления данных из любой из предыдущих таблиц, во избежание ошибочных результатов вычислений в нижней части столбцов. Если резко отклоняющиеся значения исключены (вариант 1), удаление всех сообщений об ошибках сопровождается автоматическим пересчётом параметров прецизионности, значения которых отображаются в Таблице A4.6-R1-OD (лист 2).

**A4.3.3 Обработка резко отклоняющихся значений на этапе 2 (лист 2): вариант 2 – Замена резко отклоняющихся значений** – При выборе варианта 2 подстановочные значения вводят в ячейки, содержащие резко отклоняющиеся значения. Подстановочные значения или DRV's, определяемые как описано в Приложении A5, используют вместо данных, указанных в отдельных ячейках Таблицы A4.1, для которых вычислены повышенные значения  $h$  или  $k$ . Корректируют возникающие ошибки вычислений, как указано в пп. A4.3.2.1 и A4.3.2.2. Если резко отклоняющиеся значения заменены (вариант 2), пересмотренные параметры прецизионности автоматически вычисляются и отображаются в Таблице A4.6-R1-OR (лист 2).

**A4.3.4 Обработка резко отклоняющихся значений на этапе 3 анализа (лист 3) – Значения прецизионности, вычисленные на основе анализа базы данных R1 (лист 2) считаются окончательными в отсутствие резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости.**

**A4.3.4.1** Резко отклоняющиеся значения, выявленные при 2%-ном уровне значимости, подвергают обработке по одному из вышеописанных вариантов, как и в случае 5%-ного уровня значимости. Они могут быть исключены (вариант 1) с формированием базы данных R2 OD или заменены (вариант 2) с вводом подставных значений в базу данных R1-OR и формированием новой базы R2-OR.

**A4.3.4.2** При выявлении резко отклоняющихся значений копируют Таблицы A4.1-R1-OR - A4.6-R1-OR или A4.1-R1-OD – A4.6-R1-OD с активными значениями с листа 2 вычислительной программы на лист 3, либо копируют лист 2, переименовывая его в лист 3. После обработки резко отклоняющихся значений таблицы приобретают новые обозначения: A4.1-R2-OR – A4.6-R2-OR или A4.1-R2-OD – A4.6-R2-OD. Цель анализа на листе 3 заключается в исключении/замене резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости и получении конечных значений прецизионности R2.

**A4.3.4.3** Завершение исключения резко отклоняющихся значений или подстановки вычисленных DRV's (Приложение A5) в надлежащие ячейки Таблицы A4.1-R2-OR/A4.1-R2-OD (лист 3), а также удаления сообщений об ошибках сопровождается отображением в Таблице A4.6-R2-OR/A4.6-R2-OD (лист 3) новых значений, которые являются конечными показателями прецизионности  $r$  и  $R$  для ITP.

**A4.3.5 Округление результатов по прецизионности** – Конечные результаты оценки прецизионности, приводимые в Таблице A4.6, Таблице A4.6-R1 или Таблице A4.6-R2 (при любом варианте обработки резко отклоняющихся значений), формируют в виде Таблицы 6 (12.1) для включения в метод испытания. При составлении Таблицы 6 итоговые значения параметров прецизионности округляют до числа значимых цифр, достижимого в условиях обычной практики выполнения метода испытания, используя, возможно, на одну значимую цифру больше, чем, как правило, принято.

## **A5. Методика вычисления подстановочных значений, заменяющих резко отклоняющиеся значения**

### **A5.1 Введение**

**A5.1.1** Резко отклоняющиеся значения, выявленные на этапе 1 при 5%-ном уровне значимости, подлежат обработке по одному из двух вариантов. Они могут быть либо исключены (вариант 1) с формированием пересмотренной базы данных R1, либо заменены по методике, позволяющей, в основном, сохранить распределение данных, не относящихся к категории резко отклоняющихся (5.2). В данном приложении приведены алгоритмы для выполнения процесса замены резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном и 2%-ном уровнях значимости.





A5.1.2 К замене резко отклоняющихся значений (вариант 2) обычно прибегают при небольшой базе данных и ограниченном числе лабораторий (6 и меньше), принимающих участие в ИТР. Обработка резко отклоняющихся значений по варианту 2 позволяет сохранить объём базы данных, но методика вычисления подстановочных значений должна соответствовать распределению в исходной базе данных. Эта задача выполнима при использовании методики вычисления подстановочных значений двух типов.

## A5.2 Методика замены резко отклоняющихся значений

A5.2.1 Методика замены резко отклоняющихся значений (на этапе 1 или 2) заключается в подстановке реалистичных значений, вычисляемых для каждого резко отклоняющегося среднего и среднеквадратического по ячейке. Значения первой категории, используемые взамен выбросов, названы подстановочными значениями параметра (PRV). Существуют два типа PRV, которые могут быть введены в базу данных. Несмотря на то, что выбрано PRV только одного типа, описаны оба принципа замены резко отклоняющихся значений для иллюстрации преимущества использования предпочтительного PRV второго типа.

A5.2.2 *Подстановочное значение параметра, равное распределённому среднему* – Согласно первому подходу к выбору PRV в базу данных вводят значение, равное распределённому или фактическому среднему по всем значениям по ячейкам для любого материала. Существует два типа распределённых средних: (1) для средних значений внутри ячеек и (2) среднеквадратических отклонений или диапазонов внутри ячеек. Термин *среднее* применим в обоих случаях. Если при участии  $\geq 10$  лабораторий в ИТР вводят только одно PRV, то природа распределения мало изменяется. Если заменяют  $\geq 2$  резко отклоняющихся значений, а число лабораторий-участниц намного меньше 10, может произойти сужение распределения. Это приведёт к получению ошибочно оптимистичной оценки среднеквадратического отклонения для (1) окончательных результатов определения прецизионности (в отсутствие дополнительных резко отклоняющихся значений) или (2) для среднеквадратического отклонения, используемого в качестве знаменателя в формуле определения  $h$  или  $k$  (либо  $h$  и  $k$ ), применяемых для анализа резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости. По этой причине подобный тип замены не выбран.

A5.2.3 *Подстановочное значение, сохраняющее распределение, иллюстрируемое графиком тренда в порядке возрастания значений показателя (АОТ)* – Альтернативный подход к PRV заключается в использовании значения, которое, позволяет сохранить распределение, иллюстрируемое графиком тренда в порядке возрастания значений показателя (АОТ), о котором говорится в основном тексте методики (8.1.3). Подстановочное значение АОТ, обозначаемое также как PRV для среднего по ячейке, по существу, является значением, прогнозируемым для конкретной лаборатории в отсутствие непредвиденных нарушений, послуживших причиной появления резко отклоняющегося значения, определяемого по графику АОТ. Подстановочное значение АОТ не приводит к сужению наблюдаемого распределения в той степени, которая возможна при использовании подстановочного значения, равного распределённому среднему.

A5.2.4 *Категории подстановочных значений* – Существует две категории значений, используемых вместо резко отклоняющихся величин: подстановочные значения параметра (PRV) и подстановочные значения, заменяющие данные (DRV). Определив PRV для всех резко отклоняющихся средних внутри ячейки и среднеквадратических внутри ячейки (или диапазонов), приступают к вычислению DRV для каждой ячейки Таблицы A4.1, содержащей резко отклоняющееся значение.

A5.2.4.1 Все DRV вводят в Таблицу A4.1 (для формирования Таблицы A4.1-R1-OR) в целях повторного вычисления показателей прецизионности на основе базы данных R1. См Приложение A4 и Таблицы A.4.1 – A.4.6. После пересмотра базовой Таблицы A4.1 с формированием Таблицы A4.1-R1-OR происходит автоматический пересчёт значений для таблиц A4.2-R1-OR - A4.6-R1-OR (Приложение A4). Методики, описанные в данном приложении, предназначены для планов проведения экспериментов однородного уровня: два значения на ячейку ( $n=2$ ). Методики можно немного изменить для условий эксперимента, по которым  $n=3$ . Пример оценки точности метода определения вязкости по Муни (Приложение A6) иллюстрирует весь процесс замены резко отклоняющихся значений на основе графика АОТ и операции, описанные в данном приложении, а также в Приложении A3 и Приложении A4.



**A5.3 PRVs для резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости** – Резко отклоняющиеся значения, выявленные при 5%-ном уровне значимости, должны быть заменены по методике на основе графика АОТ, как описано в пп. А5.3.1 – А5.3.3. Эта методика, в принципе, применима к любой из трёх баз данных: исходной базе данных, базе данных *R1* и базе данных *R2*. Базы данных *R1* и *R2*, если они сформированы, содержат PRVs, которые были определены в ходе предыдущего процесса замены резко отклоняющихся значений.

**A5.3.1 PRVs: резко отклоняющиеся средние по ячейке** – Для каждого материала методом наименьших квадратов проводят прямую линию через центральную область экспериментальных точек на графике АОТ для средних по ячейкам. Доводят линию до области экстремальных значений на противоположных концах графика. По альтернативному варианту прямую линию проводят методом линейной регрессии, не включая в набор данных сомнительные резко отклоняющиеся точки на концах графика. Определяют разность между резко отклоняющимся значением (точка в верхнем или нижнем конце графика) и значением в точке на продлённой прямой линии напротив номера вызывающей сомнение лаборатории, указанного на оси *x*. Разность прибавляют к резко отклоняющемуся значению, или вычитают из него для получения нового значения, указываемого на подогнанной линии в точке напротив номера лаборатории на оси *x*. Новое значение, указанное на линии, представляет собой PRV для среднего по ячейке в данной лаборатории.

**A5.3.2 PRVs: резко отклоняющиеся значения диапазонов ячеек** – Для каждого материала визуально проводят прямую линию через центральную область экспериментальных точек на графике АОТ для диапазонов ячеек. Доводят линию до области значения в верхнем конце графика. Выполняют процедуру, описанную в А5.3.1 с получением на подогнанной линии нового значения, которое представляет собой PRV для диапазона ячейки в конкретной лаборатории.

**A5.3.3 PRVs: резко отклоняющиеся значения среднеквадратического отклонения по ячейке** – Если первоначально были вычислены среднеквадратические отклонения по ячейкам, а не диапазоны ячеек, определяют PRV для среднеквадратического отклонения по методике определения PRV, предусмотренной в случае резко отклоняющихся значений диапазонов ячеек (А5.3.2). Если план ИТР включает  $n=2$ , подстановочное среднеквадратическое отклонение по ячейке (*SDev*) можно преобразовать в диапазон ячейки, *w*, используя  $w = (SDev)(2)^{1/2}$ . В нижеприведённых уравнениях значение диапазона требуется для вычисления DRVs.

ПРИМЕЧАНИЕ А5.1 – Уравнения вычисления DRV с использованием PRV для диапазонов, как описано в А5.4, можно изменить так, чтобы можно было применить среднеквадратические отклонения, а не диапазоны. Для ИТР с  $n=2$  в уравнения подставляют значение диапазона *w*, т.е.  $(SDev)*1,414$ .

**A5.4 DRVs для резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости** – Определив PRVs для всех резко отклоняющихся средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам (или диапазонов), приступают к вычислению DRVs, вводимых в Таблицу А4.1. Методики вычисления DRV предусматривают сохранение значений, не относящихся к категории резко отклоняющихся, на уровне, существующем в базе данных. Например, если требуется подстановочное значение только для среднего по ячейке (диапазон ячейки не является выбросом), фактический диапазон ячейки не должен изменяться при замене резко отклоняющегося значения. Если нужно заменить диапазон ячейки, сохраняют фактическое среднее по ячейке. Существуют четыре возможные комбинации PRVs, для которых требуется определение DRVs по методикам, описанным в пунктах А5.4.1 – А5.4.4.

**A5.4.1 Резко отклоняющееся среднее внутри ячейки в отсутствии выброса значения диапазона ячейки** – Чтобы определить два DRVs для ячейки с выбросом среднего по ячейке, прибавляют половину исходного или фактического диапазона ячейки (ECR) к PRV (среднее по ячейке), определённое как описано в А5.3.1, и вычитают половину исходного диапазона (ECR) из PRV (среднее по ячейке), используя уравнения А5.1 и А5.2. В результате получают два значения по ячейкам (*DRV1* и *DRV2*), на основе которых вычисляют подстановочное среднее для ячейки. Вводят подстановочные значения в Таблицу А4.1.

$$DRV1 = PRV_{\text{(среднее по ячейке)}} + ECR/2 \quad (A5.1)$$

$$DRV2 = PRV_{\text{(среднее по ячейке)}} - ECR/2 \quad (A5.2)$$

Во избежание путаницы с излишними условными обозначениями все DRVs (каждое значение из четырёх категорий) обозначены как *DRV1* и *DRV2*.



A5.4.2 *Резко отклоняющееся среднее по ячейке с выбросом значения диапазона ячейки* – Два *DRVs*, необходимые в такой ситуации, вычисляют по уравнениям A5.3 и A5.4, прибавляя к *PRV* (среднее по ячейке), определённое, как описано в п. A5.3.1, и вычитая из него половину *PRV* (диапазон ячейки), определённого по графику AOT, как описано в п. A5.3.2. В результате получают два новых значения для ячейки, *DRV1* и *DRV2*, по которым вычисляют подстановочное среднее для ячейки и подстановочный диапазон ячейки. Вводят *DRVs* в Таблицу A4.1.

$$DRV1 = PRV_{\text{(среднее по ячейке)}} + PRV_{\text{(диапазон ячейки)}/2} \quad (A5.3)$$

$$DRV2 = PRV_{\text{(среднее по ячейке)}} - PRV_{\text{(диапазон ячейки)}/2} \quad (A5.4)$$

A5.4.3 *Резко отклоняющийся диапазон ячейки в отсутствии выброса среднего по ячейке* – Два *DRVs*, требуемые в таком случае, вычисляют по уравнениям A5.5 и A5.6, прибавляя к исходному или фактическому среднему по ячейке (*ECA*) и вычитая из него половину *PRV* (диапазон ячейки), определённого по графику AOT, как описано в пункте A5.3.2. Получают два новых значения для ячейки, *DRV1* и *DRV2*, по которым вычисляют исходное среднее внутри ячейки и подстановочный диапазон ячейки. Вводят *DRVs* в Таблицу A4.1.

$$DRV1 = ECA + PRV_{\text{(диапазон ячейки)}/2} \quad (A5.5)$$

$$DRV2 = ECA - PRV_{\text{(диапазон ячейки)}/2} \quad (A5.6)$$

A5.4.4 *Резко отклоняющийся диапазон ячейки и выброс среднего по ячейке* – Выполняют процедуру, описанную в A5.4.2. Получают два значения для ячейки, по которым вычисляют подстановочное среднее по ячейке и подстановочный диапазон ячейки. Вводят *DRV1* и *DRV2* в Таблицу A4.1.

A5.5 *PRVs для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости* – На этапе 2 анализируют пересмотренную базу данных *R1*, соблюдая требования, указанные в пунктах A5.5 и A5.6, применимые к 2%-ному уровню значимости.

A5.5.1 *PRVs: резко отклоняющиеся средние по ячейке* – Для каждого материала строят новый график AOT на основе средних по ячейкам, используя пересмотренные данные из таблицы A4.1-R1-OR, которая будет содержать новые подстановочные значения для всех резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости. *PRVs* для резко отклоняющихся значений средних по ячейке при 2%-ном уровне значимости определяют по методике, описанной в пункте A5.3.1.

A5.5.2 *PRVs: резко отклоняющиеся диапазоны ячеек* – Для каждого материала строят новый график AOT на основе диапазонов ячеек, используя пересмотренные данные из Таблицы A4.1-R1-OR. *PRV* для резко отклоняющихся диапазонов ячеек при 2%-ном уровне значимости определяют по методике, описанной в пункте A5.3.2.

A5.5.3 *PRVs: резко отклоняющиеся среднеквадратические отклонения по ячейке* – Если исходно были вычислены среднеквадратические отклонения по ячейкам, а не диапазоны ячеек, определяют подстановочное среднеквадратическое отклонение по методике определения *PRV* для резко отклоняющихся диапазонов ячеек, как описано в пункте A5.5.2. Если план ITP включает  $n=2$ , подстановочное среднеквадратическое отклонение по ячейке (*SDev*) можно преобразовать в диапазон ячейки,  $w = (SDev)(2)^{1/2}$ .

A5.6 *DRVs для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости* – Определив *PRVs* для всех резко отклоняющихся средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам (или диапазонов) при 2%-ном уровне значимости, приступают к вычислению *DRVs*, вводимых в Таблицу A4.1 с целью формирования Таблицы A4.1-R2-OR, служащей в качестве новой базы данных *R2* для повторного вычисления параметров прецизионности (сходимости и воспроизводимости). См. Приложение A4. Как и в случае вычислений при 5%-ном уровне значимости, существует 4 комбинации выбросов параметров, для которых требуется замена данных с формированием базы данных *R2*. При выполнении процедуры по пп. A5.6.1–A5.6.4 используют резко отклоняющиеся значения при 2%-ном уровне значимости, а пересматриваемой базой данной является база данных *R1*. После замены резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне (с введением *PRV* и *DRV*) база данных *R1* становится базой данных *R2*, которая используется для вычисления окончательных значений сходимости и воспроизводимости. См. схему на Рисунке 1.

A5.6.1 Для 4 комбинаций выбросов, о которых говорится в пунктах A5.4.1 – A5.4.4, повторяют вычисления всех *DRVs* на основе значений *PRVs*, определённых по графикам AOT, построенным при использовании базы данных *R1*. Используют уравнения, указанные в данных разделах.



## А6. Пример оценки обычной прецизионности – Метод определения вязкости по Муни

### А6.1 Введение

А6.1.1 В данном приложении подробно описан пример оценки обычной прецизионности на основе трёхэтапного анализа. Особое внимание уделено процедурам выявления резко отклоняющихся значений и пересмотра исходной базы данных, необходимым для получения робастных оценок точности с исключением влияния выбросов. Приведены все вычисления прецизионности, начиная с базовой Таблицы 1 (или Таблицы А4.1), при использовании расчётных формул и других операций в серии таблиц, как описано в Приложении А4. Большая часть таблиц, включённых в приложение, имеет двойное обозначение. Первое обозначение – порядковый номер таблиц, начиная с Таблицы А6.1. Набор символов в скобках показывает назначение таблицы. Порядковый номер нужен для вычислительной подготовки стандарта. Второе обозначение упрощает понимание контекста и цели применения каждой таблицы. Между контекстом и назначением таблиц, содержащихся в Приложениях А4 и А6, существует взаимосвязь, отражаемая обозначением, заключённым в скобки. Таким образом, первая Таблица А6.1 (1) эквивалентна Таблице А4.1 в Приложении А4; вторая Таблица А6.2 (2) - Таблице А4.2 в Приложении А4 и т.д. для всех таблиц с обозначениями (3), (4R), (4S), (5), (6). Каждая из таблиц с (1) по (6) предназначена для выполнения определённой функции в операции вычисления. Четыре последние Таблицы (А6.36 – А6.39), не связанные с таблицами Приложения А4, не имеют второго обозначения. Таблицы Приложения А4 не имеют двойного обозначения, т.к. они не были сформированы. Пользователь стандарта должен дать обозначения таблицам Приложения А4 при установке вычислительной программы в ходе проведения реального анализа.

А6.1.2 Детектированные резко отклоняющиеся значения подлежат обработке по одному из двух вариантов. Вариант 1 заключается в исключении всех выбросов и вычислении параметров точности на основе пересмотренной базы данных меньшего объёма. По варианту 2 выбросы заменяют подстановочными значениями (PRV и DRV), определёнными по графику АОТ, с последующим определением прецизионности с использованием пересмотренной базы данных. Оба варианта обработки выбросов рассмотрены в примере с иллюстративной целью.

А6.1.3 ИТР по оценке прецизионности метода определения вязкости по Муни (метод ASTM D1646 в версии на момент проведения ИТР) проводилась в 1982 году. Метод испытания D1646 эквивалентен методу ISO 289. Девять лабораторий, принимавших участие в ИТР, испытывали 4 материала (каучука). Типы каучуков, обозначенные как материалы 1-4, и некоторые условия испытания указаны ниже.

№ материала	Описание материала	Условия испытания
1	БСК1712 (содержание масла: 37,5 ч)	ML 1+4 при 100°C
2	Бутилкаучук, NIST SRM 388	ML 1+8 при 100°C
3	БСК1712 (маточная смесь: 37,5 ч масла + 65 ч N339)	ML 1+4 при 100°C
4	НК (натуральный каучук)	ML 1+4 при 100°C

NIST – Национальный институт по стандартам и технологии (новое название Национального бюро стандартов).

SRM – стандартный эталонный материал, разработанный Национальным институтом по стандартам и технологии.

BMB – маточная смесь, содержащая 37,5 ч масла и 65 ч теухглерода N339 на 100 ч каучука.

А6.1.4 Образцы каждого из четырёх материалов были высланы девяти лабораториям-участницам. Испытания по определению вязкости проводили в два разных дня с недельным интервалом. За результат испытания принимали значение, полученное при единичном определении (измерении) вязкости по Муни в условиях определённой температуры в указанное время:  $p = 9$ ,  $q = 4$ ,  $n = 2$ . Определяли прецизионность Типа 1 с выполнением одной дополнительной операции перед проведением испытания. Материалы 1, 3 и 4 смешивали с ингредиентами на вальцах, как описано в Разделе 7 стандарта D1646 в версии на 1982 год. Материал 2 (бутилкаучук, SRM) не подвергали смешению, т.к. требования стандарта не предусматривали эту операцию для данного эталонного материала.





**A6.1.5 Оценка прецизионности на примере метода определения вязкости по Муни** – В рамках ИТР общепринято проводить оценку прецизионности метода испытания, соблюдая последовательность этапов, отображённых на Рисунке 1 и описанных в Разделе 7 основного текста методики. Подробные указания даны в Разделах 8 – 10. Выбросы, выявленные на этапе 1, подвергаются обработке по одному из двух вариантов, с последующим проведением этапа 2 и 3 в зависимости от результатов анализа (Рисунок 1). В данном примере вычисления выполнены при использовании двух вариантов обработки резко отклоняющихся значений с иллюстративной целью. Хотя замена выбросов является вариантом 2, вычисления на основе этого варианта рассмотрены первыми в части 1. В части 2 обсуждается более простой вариант 1 (исключение выбросов). Предварительный и графический анализы данных, описанные в пункте A6.2.1 первой части, не приведены повторно в части 2.

**ПРИМЕЧАНИЕ A6.1** – В уравнениях A2.16 и A2.17 используется коэффициент 2,83. Округлённое значение 2,8 использовали для вычисления значений в Таблицах A6.7 (6), A6.14 (6-R1-OR), A6.21 (6-R2-OR), A6.28 (6-R1-OD) A6.35 (6-R2-OD). Если данные, указанные в Приложении A6, используются для проверки правильности электронной таблицы, а коэффициент 2,83 применяется в табличных формулах, полученные значения будут отличаться от значений, представленных в вышеперечисленных таблицах.

## **A6.2 Часть 1: Замена резко отклоняющихся значений – Этап 1**

**A6.2.1 Предварительный анализ** – Таблица A6.1, размещённая на листе 1 вычислительной программы, (Приложение A4) содержит исходные данные в формате, описанном в пп. 8.1.1 и 8.1.2. Хотя соблюдение этапов анализа не является обязательным, рекомендуют вычислять информативные средние значения и среднеквадратические отклонения по всем столбцам таблицы. Приведены примеры результатов таких вычислений.

**A6.2.1.1** Следующая операция заключается в формировании Таблиц 2 и 3. Во избежание составления излишне большого числа таблиц, в чём нет необходимости, данные базовых Таблиц 2 и 3 объединены с другими табличными данными и результатами вычислений в сдвоенные таблицы, формат которых подробно описан в Приложении A4. Таким образом, Таблица 2 занимают левую часть Таблицы A6.2. Таблица 3 приведена в левой части Таблицы A6.4S (для среднеквадратических отклонений внутри ячеек) и Таблицы A6.4R (для диапазонов ячеек).

**A6.2.1.2** Графический анализ данных, полученных в ходе ИТР, проводится при использовании Рисунков A6.1-A6.4 и Рисунка A6.5. Рисунок A6.1 иллюстрирует график средних значений вязкости по Муни по ячейкам в порядке возрастания показателя для материалов 1 и 2 с указанием номера лабораторий на оси x. Аналогичный график для материалов 3 и 4 представлен на Рисунке A6.2. Графики предназначены для двух целей: предварительного анализа исходных данных и вычисления подстановочных значений АОТ для резко отклоняющихся значений (вариант 2), как описано в п. A5.2.2 Приложения A5.

**A6.2.1.3** Рисунок A6.1 показывает, что для материала 1 может быть два потенциальных резко отклоняющихся значения. Одно наименее резко отклоняющееся значение представлено лабораторией 9. Наиболее резко отклоняющимся значением, возможно, является значение, представленное лабораторией 6. Эти точки отклоняются от линейного тренда в центральной области. На последующих стадиях анализа линию используют для вычисления подстановочных значений АОТ. Для материала 2 показано одно потенциальное наиболее резко отклоняющееся значение (лаборатория 1). В случае материала 3 (Рисунок A6.2) возможно одно наименее резко отклоняющееся значение (лаборатория 9). Что касается материала 4, то для него показаны два потенциальных резко отклоняющихся значения: наименее резко отклоняющееся значение (лаборатория 9) и, с меньшей степенью вероятности, наиболее резко отклоняющееся значение (лаборатория 8).

**A6.2.1.4** Аналогичные графики диапазонов ячеек (Рисунки A6.3 и A6.4) немного отличаются от графиков средних по ячейкам. На них отсутствуют выбросы в нижней части, где все значения показывают хорошее соответствие, что обуславливает криволинейность перед центральной линейной областью. Это игнорируется при проведении линий тренда. Для материала 1 возможны два резко отклоняющихся диапазона ячеек в верхнем конце графика (лаборатории 1 и 4). По материалу 2 нет потенциальных выбросов. Для материалов 3 и 4 Рисунок A6.4 показывает по одному резко отклоняющемуся значению, представленному лабораторией 4. Значение, представленное лабораторией 9 по материалу 4, возможно, тоже является резко отклоняющимся. Графики дают общее представление о степени однородности данных по каждому из 4 материалов. Другие особенности будут обсуждаться ниже.

**A6.2.2 Вычисление параметров прецизионности и выявление резко отклоняющихся значений в исходной базе данных** – Этап 1 анализа начинают с вычисления показателей прецизионности  $r$  и  $R$  для





исходной базы данных. Значения  $r$  и  $R$ , первоначально вычисленные по методикам Приложения А4, являются основой для определения понижения этих параметров после исключения резко отклоняющихся значений. Следующая операция – анализ базы данных для выявления потенциальных резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости. Обе операции, выполняемые параллельно, описаны при анализе каждой таблицы, выполняемым последовательно, начиная с Таблицы А6.1 (1) и заканчивая Таблицей А6.6 (7).

А6.2.2.1 Таблица А6.2 (2), составленная в двояном формате для всех 4 материалов, содержит средние по отдельной ячейке (левая часть) и квадраты средних по отдельной ячейке (правая часть). Для каждого столбца или материала вычислены суммы средних по ячейкам ( $T_1$ ) и суммы квадратов средних по ячейкам ( $T_2$ ), что необходимо для конечного анализа прецизионности. См. Таблицу А6.6 (7). Для каждого материала указаны также средние по всем ячейкам, дисперсия и среднееквадратическое отклонение средних по отдельной ячейке для всех 9 лабораторий.

А6.2.2.2 Таблица А6.3 (3) содержит отклонения средних внутри ячейке,  $d$ , (левая часть) и значения  $h$  для ячеек (правая часть), определяемые для каждого материала по уравнениям:

$$d = (Y_{AV}(i) - Y_{AV}) \quad (A6.1)$$

$$h = d/S_{(Y_{AV})} \quad (A6.2)$$

где:

$Y_{AV}(i)$  – среднее внутри ячейки ( $i$ );

$Y_{AV}$  – среднее значение средних внутри всех ячеек;

$S_{(Y_{AV})}$  – среднееквадратическое отклонение средних по отдельным ячейкам (Приложение А3).

Значения  $Y_{AV}$  и  $S_{(Y_{AV})}$  указаны под столбцами левой части Таблицы А6.3 (3). Значения  $h(crit)$  при 5%-ном уровне значимости для 9 лабораторий ( $p = 9$ ) представлены в подтаблице, размещённой справа под основной Таблицей. Критические значения статистических показателей  $h$  и  $k$  приведены в Таблице А3.1 (Приложение А3). Вычисленные значения  $h$  (по каждому материалу), превышающие критическое значение 1,78, выделены жирным/курсивным шрифтом. Значения  $h$ , превышающие  $h(crit)$ , выявлены для 4 ячеек: лаборатория 1 (материал 1); лаборатория 9 (материалы 1, 3, 4)..

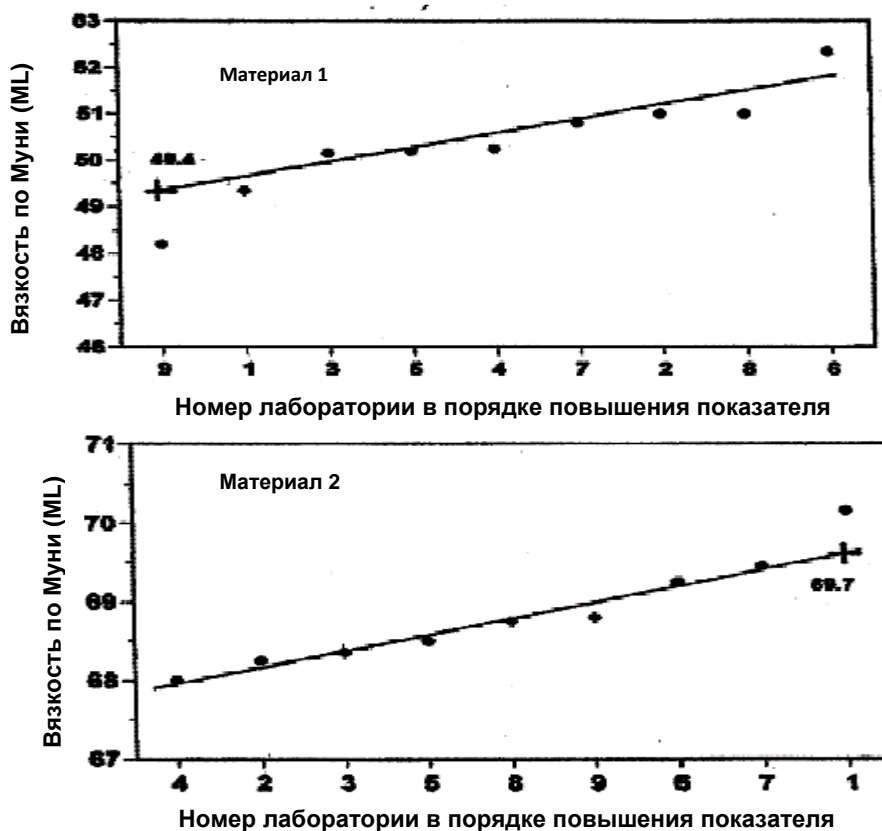


Рисунок А6.1 – Графики АОТ – Исходные средние внутри ячеек для материалов 1 и 2

ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Графики с отображением линейного тренда и PRV



A6.2.2.3 Таблицы A6.4 (4R) и A6.5 (4S) показывают дисперсию (изменчивость) для результатов, полученных в первой и во второй день испытания. Фактически, необходима только одна из этих таблиц, но для данного примера подготовили обе таблицы. Таблица A6.4 (4R) содержит диапазоны ячеек (левая часть) и квадраты диапазонов ячеек (правая часть). Для каждого материала вычислена сумма квадратов диапазонов ячеек ( $T_3$ ). В рамках программы ITP с  $n=2$  диапазоны ячеек можно преобразовать в среднеквадратические отклонения:  $SDev = w/(2)^{1/2}$ , где  $w$  – диапазон. В левой части Таблицы A6.5 (4S) указаны среднеквадратические отклонения по каждой ячейке, а в правой – дисперсии (квадраты среднеквадратических отклонений). Для каждого материала вычислены сумма всех дисперсий ( $T_4$ ) и усреднённая дисперсия (правая часть таблицы).

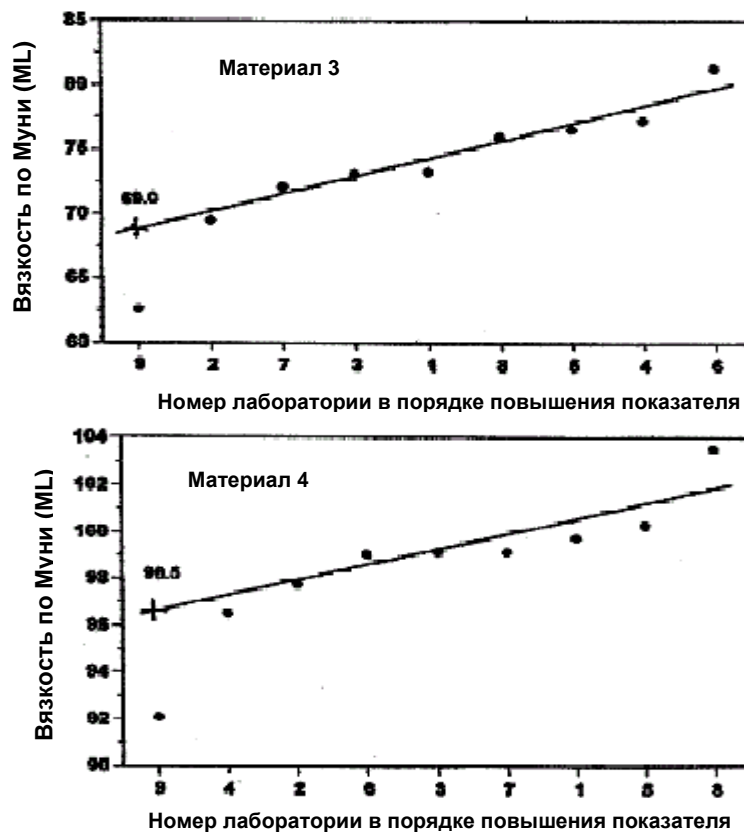
A6.2.2.4 Среднеквадратические отклонения по отдельным ячейкам анализируют для выявления выбросов при использовании Таблицы A6.6 (5), в которой указаны значения  $k$  для всех ячеек по каждому материалу, вычисленные по уравнению:

$$k = S(i)/S_r, \quad (A6.3)$$

где:

$S(i)$  – среднеквадратическое отклонение по ячейке лаборатории  $i$ ;

$S_r$  – усреднённое среднеквадратическое отклонение по ячейкам всех лабораторий (Приложение A3).



ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Графики с отображением линейного тренда и PRV.

**Рисунок A6.2 – Графики АОТ – Исходные средние  
Внутри ячеек для материалов 3 и 4**

Усреднённые среднеквадратические отклонения (квадратный корень из усреднённой дисперсии) приведены под столбцами Таблиц A6.5 (4S) и A6.6 (5). Таблица A6.6 (5) содержит подтаблицу с  $k(crit)$  при 5%-ном уровне значимости для  $p = 9$  и  $n = 2$ . Выявлены 3 вычисленные значения  $k$ , превышающие критическое значение 1,90: материалы 1, 3, 4 (лаборатория 4). Эти значения выделены жирным/курсивным шрифтом.



A6.2.2.5 Этап 1 анализа завершён. Прежде чем приступить к этапу 2, анализируют результаты по прецизионности, вычисленные на основе исходной базы данных. Они указаны в Таблице A6.7 (6). Значения  $r$  изменяются в пределах 0,74 – 3,43. Пределы изменения  $R$ : 1,97 – 15,15. В отсутствие резко отклоняющихся значений на этапе 1 Таблица A6.7 (6) является завершающей. Значения, содержащиеся в ней, используют для подготовки таблицы параметров прецизионности, вводимой в стандарт по методу испытания. Помимо 5 вычислений, выполняемых для определения итоговых значений  $r$  и  $R$ , в Таблице A6.7 (6) указаны средние значения по каждому материалу, среднеквадратические отклонения сходимости,  $S_r$ , среднеквадратические отклонения воспроизводимости,  $S_R$ , и относительная прецизионность в процентах от среднего, ( $r$ ) и ( $R$ ). Значения статистических показателей  $h$  и  $k$  представлены в подтаблице. Первый этап анализа позволил выявить ряд резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости, что свидетельствует о необходимости проведения этапа 2 на основе пересмотренной базы данных.

## A6.3 Часть 1: Замена резко отклоняющихся значений – Этап 2

A6.3.1 *Обработка резко отклоняющихся значений* – Этап 2 анализа связан с выполнением двух задач: (1) формирование пересмотренной базы данных для повторного вычисления  $r$ ,  $R$  и других параметров по методикам, описанным в Приложении A4; (2) анализ новой базы данных с целью выявления резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости.

A6.3.1.1 Этап 2 начинают с вычисления подстановочных значений (вариант 2), используемых взамен резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости, обнаруженных на этапе 1. Готовят вторую серию электронных таблиц. Для упрощения идентификации и сравнения таблиц, формируемых на этапах 1 и 2 (и, возможно, 3), в обозначениях таблиц этапа 2 в скобках сохраняют цифры (1) – (6) с добавлением двух символов. Первый символ R1 обозначает пересмотренную базу данных 1. При добавлении символа R1 Таблица A6.1 (1), сформированная на этапе 1, становится Таблицей A6.8 (1-R1). Вторым символом OR указывает на замену резко отклоняющихся значений (вариант 2). Таким образом, полное обозначение первой таблицы на этапе 2 при втором варианте обработки выбросов приобретает вид A6.8 (1-R1-OR). Как уже говорилось выше, на первом этапе анализ проводится на основе исходной базы данных. Аналогичную систему дополнительных символов используют в обозначениях серии таблиц на этапе 3. На этапе 3 R1 заменяют на R2 (пересмотренная база данных 2) и Таблица A6.8 (1-R1-OR) становится Таблицей A6.15 (1-R2-OR). При проведении трёх этапов анализа, заменяя резко отклоняющиеся значения, формируют в общей сложности 21 таблицу. Аналогичная методика применима к 14 таблицам, составляемым при проведении анализа с исключением резко отклоняющихся значений, когда нет необходимости в дублировании первых семи таблиц исходной базы данных.

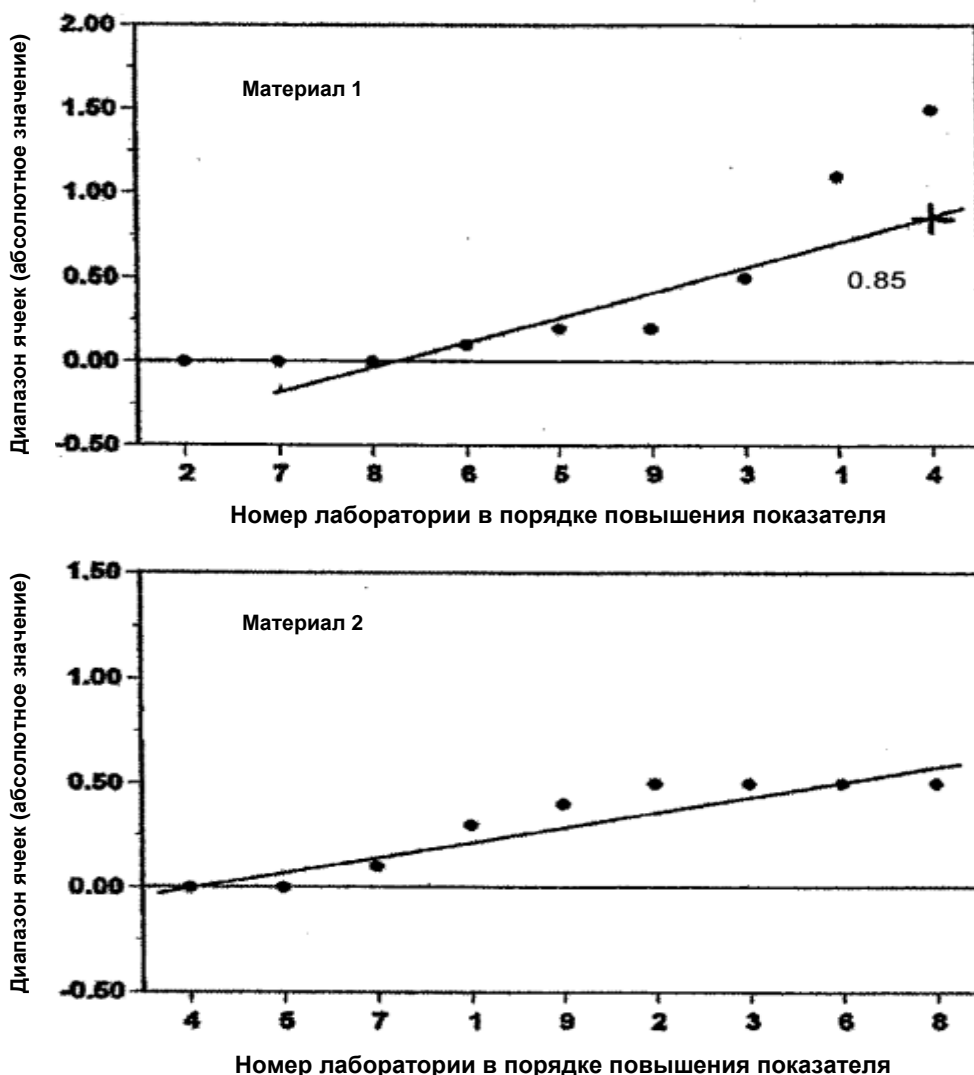
A6.3.2 *Этап 2 анализа: замена выбросов при 5%-ном уровне значимости* – Для обработки выбросов, выявленных на этапе 1, по варианту 2 определяют подстановочные значения по графику AOT (Приложение A5). Для этого выполняют две основные операции: проводят оценку PRV, а затем вычисляют DRV для средних по ячейкам и среднеквадратических отклонений по ячейкам (или диапазонов). Затем вычисляют новые показатели прецизионности, используя базу данных R1.

A6.3.2.1 *PRVs для средних по ячейкам* – PRV для средних по ячейкам вычисляют по методике, описанной в Приложении A5, с использованием Рисунков A6.1–A6.4 и Рисунка A6.5. При проведении первого этапа на Рисунке A6.1 было выявлено резко отклоняющееся значение для материала 1 (лаборатория 9). PRV с обозначением в виде крестика, составившее 49,4 для этого выброса, определили, как описано в п. A5.3.1. Значение PRV, составляющее 69,7 для среднего по ячейке для материала 2 (лаборатория 1) определяли по этой же методике. PRV для средних по ячейкам для материалов 3 и 4 лаборатории 9 (Рисунок A6.2) вычисляли по аналогичной методике (значения показателя, соответственно, 69,0 и 96,5). PRVs для диапазона ячейки на Рисунке A6.3 (материал 1, лаборатория 4) определили как 0,85. PRVs для диапазонов ячейки на Рисунке A6.4 по материалам 3 и 4 лаборатории 4 (соответственно, 2,20 и 1,20) оценивали по той же методике. PRVs для средних по ячейкам представлены в п. 1 части A Таблицы A6.36, PRVs для диапазонов ячеек отражены в п. 2 части A этой же таблицы.

A6.3.2.2 *DRVs* – Следующая операция заключается преобразовании PRVs по ячейкам в DRVs по ячейкам по методике, описанной в п. A5.4. DRVs по ячейкам необходимы для введения в Таблицу A6.1 (1) для формирования новой Таблицы A6.8 (1-R1-OR).



(1) *DRVs для средних по ячейкам* – Существуют два типа вычисления *DRVs* для средних внутри ячеек (A5.4). В данном примере все *DRVs* для средних внутри ячеек вычисляются по первому типу, описанному в п. A5.4.1, т.е. для *резко отклоняющихся средних по ячейке в отсутствие выброса диапазонов ячейки*. Ячейки, выбранные для замены резко отклоняющегося среднего, не имеют сопутствующих резко отклоняющихся диапазонов ячеек. Для данного первого типа *DRVs* можно вычислить по уравнениям A5.1 и A5.2 (A5.4.1), используя *PRV* для средних по ячейкам (A6.3.2.1) и фактический диапазон данной ячейки. Данные, введенные в п. 3 части Таблицы A6.36, были получены по этим двум уравнениям с использованием *PRVs* для средних по ячейкам (часть A) и фактических диапазонов четырех анализируемых ячеек (указанных в скобках после подстановочных средних в части A). Вычисленные *DRVs для средних по ячейкам* представлены в п. 3 части B Таблицы A6.36.



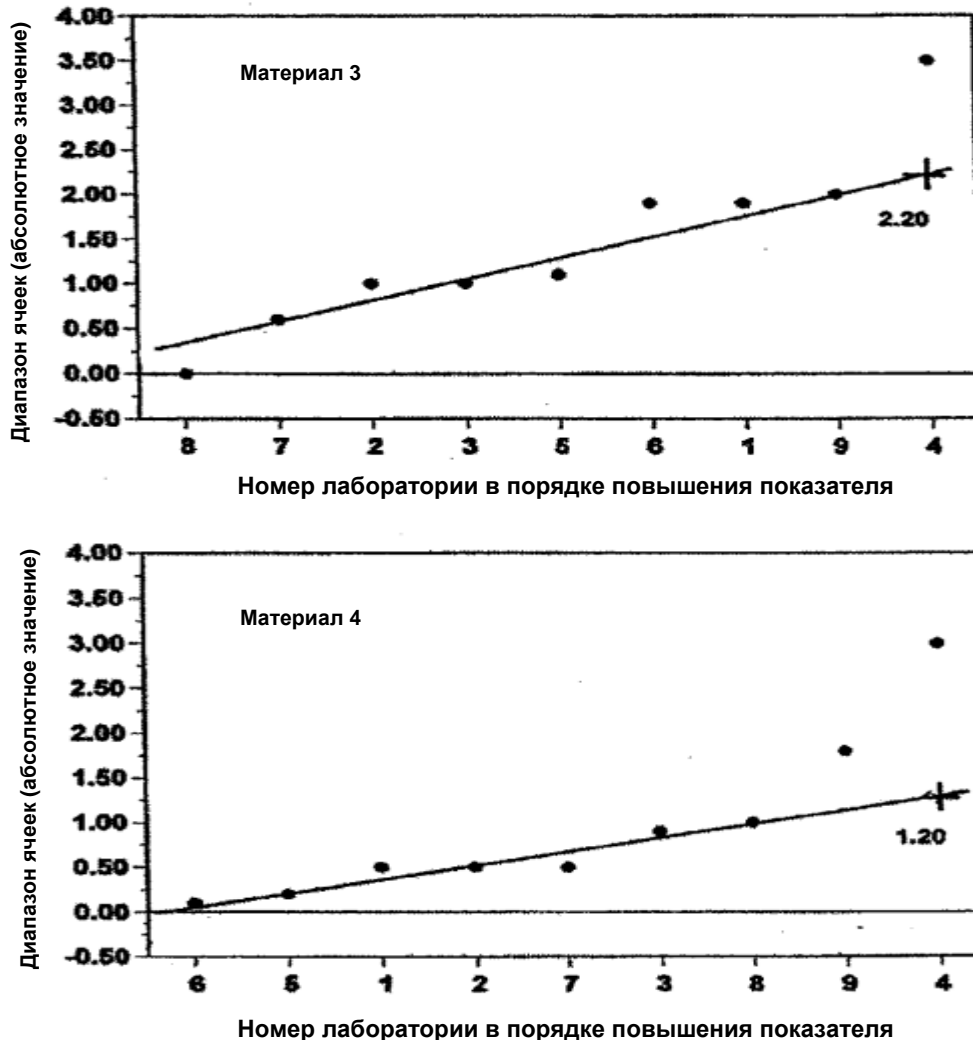
ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Графики с отображением линейного тренда в виде пунктирной линии и подстановочных значений.

**Рисунок A6.3 – Графики AOT – Исходные диапазоны ячеек для материалов 1 и 2**

(2) *DRVs для диапазонов ячеек* – *PRVs* для диапазонов ячеек, указанных в п. 2 части A Таблицы A6.36, необходимо преобразовать в *DRVs* для диапазонов ячеек. Все три *PRVs* относятся к третьему типу, т.е. резко отклоняющиеся диапазоны ячеек в отсутствие выброса средних по ячейкам, как описано в п. A5.4.3. *PRV* преобразуют в *DRVs* (дублирующие значения) по уравнениям A5.5 и A5.6, используя *PRV* для диапазона ячеек (A6.3.2.1) и фактическое среднее по конкретной ячейке. Результаты вычислений представлены в пункте 4 части B Таблицы A6.36.



**А6.3.3 Этап 2 анализа: Вычисление параметров точности на основе пересмотренной базы данных после замены резко отклоняющиеся** – Введя вычисленные подстановочные значения в Таблицу А6.36, можно выполнить повторный анализ пересмотренной базы данных. Анализ начинают с Таблицы А6.8 (1-R1-OR). DRVs из Таблицы А6.36 подставляют вместо резко отклоняющихся значений по отдельным ячейкам в Таблице А6.8 (1-R1-OR). Введённые значения обозначены наклонным шрифтом. По завершении замены выбросов по всем ячейкам Таблицы А6.8 (1-R1-OR) в Таблице А6.14 (6-R1-OR) отображаются результаты по прецизионности, вычисленные на основе новой базы данных (R1).



ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Графики с отображением линейного тренда и PRV.

**Рисунок А6.4 – Графики АОТ – Диапазоны ячеек для материалов 3 и 4**

**А6.3.3.1** Таблица А6.14 (6-R1-OR) показывает понижение сходимости,  $r$ , с изменением значения в пределах 0,76 – 2,92, а значения  $R$  – в пределах 1,76 – 11,27. На общей или усреднённой основе сходимость  $r$  была улучшена при коэффициенте уменьшения 0,88, (понижение  $r$  достигло 12%), а воспроизводимость  $R$  была улучшена при коэффициенте уменьшения 0,76 (понижение  $R$  достигло 24%) при использовании базы данных R1, полученной при замене резко отклоняющихся значений.

**А6.3.4 Этап 2 анализа: Выявление и замена резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости** – Введение DRVs вместо резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости в Таблицу А6.8 (1-R1-OR) сопровождается автоматическими вычислениями для последующих таблиц. Критические значения  $h$  и  $k$  при 2%-ном уровне значимости берут из Таблицы А3.1 (Приложение А3). Таблица А6.10 (3-R1-OR) показывает резко отклоняющееся среднее по ячейке для материала 4 лаборатории 8. Вычисленное значение  $h$  (2,07) превышает критическое значение  $h$  (2,00). Таблица





A6.13 (5-R1-OR) показывает, что диапазон ячейки для материала 1 лаборатории 1 является резко отклоняющимся значением т.к. вычисленное значение  $k$  (2,15) превышает критическое значение  $k$  (2,09) на 2 %.

A6.3.4.1 Заключительной операцией на этапе 2 является замена резко отклоняющихся значений, выявленных при 2%-ном уровне значимости. На графике AOT для материала 1 лаборатории 1 (Рисунок A6.5) показано подстановочное значение диапазона 0,80 для резко отклоняющегося значения 1,10. Вычисленное подстановочное значение среднего по ячейке 101,2 предназначено для замены резко отклоняющегося значения 103,5 для материала 4 лаборатории 8. Эти два значения PRVs (0,80 и 101,2) необходимо преобразовать в DRVs. PRV для диапазона ячейки (0,80) преобразуют в DRV по п. A5.4.3. PRV для среднего по ячейке (101,2) преобразуют в DRV по п. A5.4.1, как описано в пп. A6.3.2.1 и A6.3.2.2. Подстановочные значения показаны в Таблице A6.10 (3-R1-OR) жирным курсивным шрифтом.

## **A6.4 Часть 1: Замена резко отклоняющихся значений – Этап 3**

A6.4.1 Когда DRVs для двух резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости, выявленных на этапе 2, введены в Таблицу A6.8 (1-R1-OR), происходит формирование новой Таблицы A6.15 (1-R2-OR), представляющей собой базу данных R2. Последовательность операций иллюстрируется Таблицами A6.15 (1-R2-OR) – A6.21 (6-R2-OR). В последней таблице приведена база данных R2 и итоговые результаты по прецизионности (сходимость и воспроизводимость) при использовании второго варианта обработки резко отклоняющихся значений. Комментарий по улучшению прецизионности или понижению  $r$  и  $R$  будет дан ниже в Части 2 после выполнения анализа при использовании первого варианта обработки резко отклоняющихся значений.

## **A6.5 Часть 2: Оценка обычной прецизионности – Вариант 1: Исключение резко отклоняющихся значений**

A6.5.1 Значительная часть операций, необходимых для Части 2 по оценке точности при исключении резко отклоняющихся значений (вариант 1) выполнена в Части 1. В Таблицах A6.1 (1)–A6.6 (5), Таблице A6.36 и двух подтаблицах в нижней части Таблицы A6.21 (6-R2-OR) показаны резко отклоняющиеся значения, выявленные по показателям  $h$  и  $k$  в первой части анализа. Если вариант 1 (исключение резко отклоняющихся значений) выбран на этапе 1 или после него, первыми операциями для части 2 являются предварительный анализ данных (A6.2.1), вычисление параметров прецизионности и выявление резко отклоняющихся значений на основе исходной базы данных (A6.2.2). Поскольку эти операции, составляющие этап 1 Части 2, уже проиллюстрированы, нет необходимости описывать их повторно.

## **A6.6 Часть 2: Исключение резко отклоняющихся значений – Этап 2**

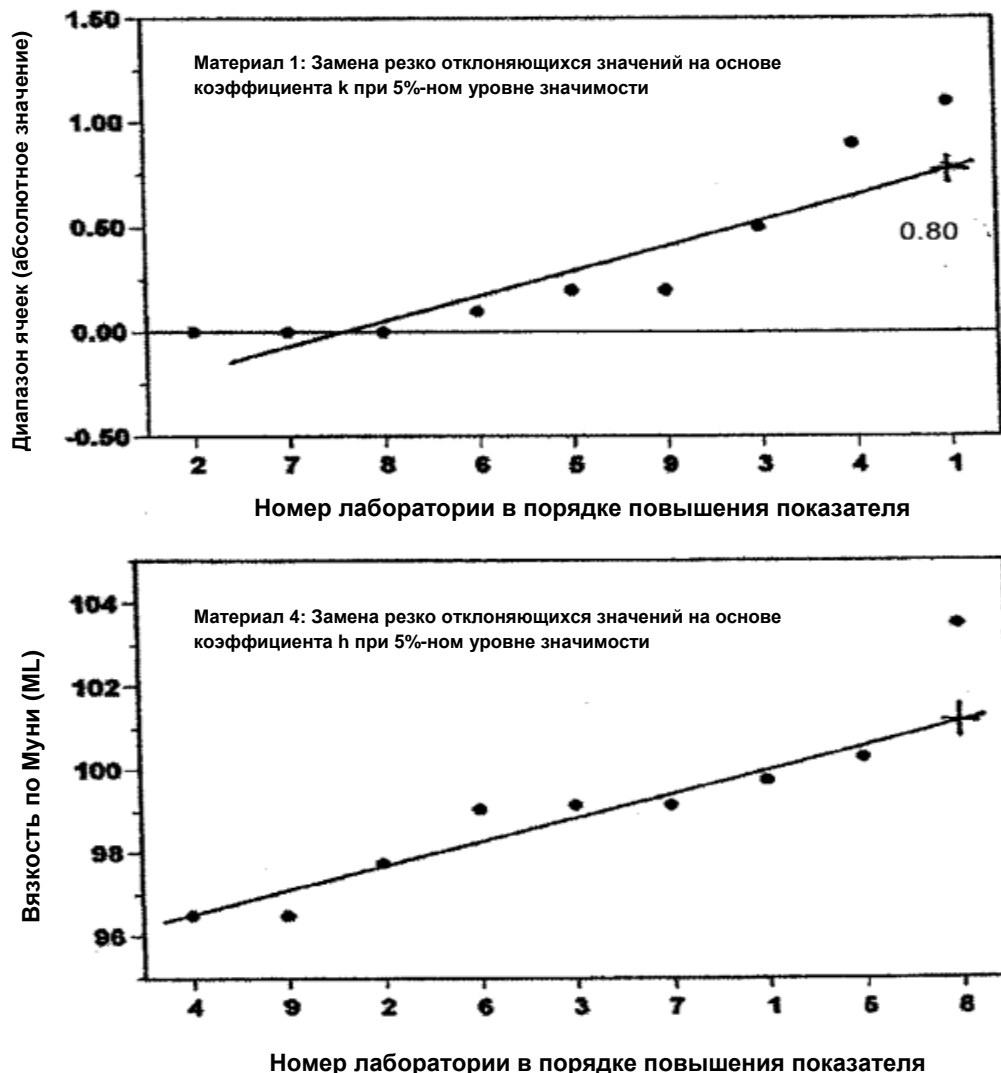
A6.6.1 *Исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости* – Поскольку все резко отклоняющиеся значения детектированы в Части 1, в Части 2 остаётся только исключить выявленные резко отклоняющиеся значения. Если же при анализе данных, полученных в ходе ИТР, на первом этапе выбран вариант 1, то необходимо выявить резко отклоняющиеся значения при 5%-ном и 2%-ном уровнях значимости, прежде чем приступить к выполнению нижеописанных функций.

A6.6.1.1 В Таблице A6.22 (1-R1-OD) представлены результаты, полученные после исключения резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном уровне значимости по показателям  $h$  и  $k$ , из исходной базы данных с формированием базы данных R1. Ячейки с исключёнными резко отклоняющимися значениями при 5%-ном уровне значимости показаны пустыми в Таблицах A6.23 (2-R1-OD) - A6.28 (6-R1-OD). В электронных таблицах этой серии в ячейках, которые должны быть пустыми, сначала отображается сообщение об ошибке (ERROR). Как указано в Приложении A5, значения, с которыми связано сообщение об ошибке, должны быть удалены, чтобы ячейки были пустыми. Конечные результаты оценки прецизионности приведены в Таблице A6.28 (6-R1-OD). Сопоставление результатов, полученных при замене (вариант 2) и исключении (вариант 1) выбросов, показывает, что при использовании варианта 1 получают более низкие значения  $r$  и  $R$ . Оба варианта подробно рассмотрены в Разделе A6.8.

A6.6.2 *Исключение резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости* – На следующем этапе исключают резко отклоняющиеся значения, выявленные при 2%-ном уровне значимости.



Следует обратить внимание на то, что в нижней части Таблицы A6.25 (6-R1-OD) указаны два значения: среднее по ячейке для материала 4 лаборатории 8 и диапазон ячейки (или среднеквадратическое отклонение) для материала 1 лаборатории 1. Специалист по статистическим методам анализа должен уделить особое внимание материалу 1 лаборатории 1. См. A6.25 (4R-R1-OD). Если исключить значение диапазона ячейки, составляющее 1,10, (лаборатория 1), то останется 6 значений диапазонов ячеек, намного ниже 1,10, причём три значения равны "0".



ПРИМЕЧАНИЕ 1 – Графики с отображением линейного тренда и PRV.

**Рисунок A6.5 – Графики AOT – Пересмотренная база данных (R1) для материалов 1 и 4**

A6.6.2.1 Несмотря на потенциальную возможность получения хорошего соответствия между двумя результатами определения вязкости по Муни при проведении испытаний с интервалом одной недели в трёх лабораториях из лабораторий-участниц, следует анализировать такие данные с особой осторожностью. Многие операторы бывают осведомлены об организации специальных испытаний или ИТР, зная, что достижение хорошего соответствия является целью проведения таких испытаний. Возникает соблазн представить хорошо согласующиеся результаты. Специалист по статистическим методам анализа должен понимать, что при исключении значения 1,10, представленного лабораторией 1, будет получено нереально низкое усреднённое среднеквадратическое отклонение (усреднённый диапазон). В связи с этим принимается решение игнорировать целевой результат анализа и не исключать значение 1,10.

A6.6.2.2 В Части 1 анализа значение диапазона 1,10 (материал 1, лаборатория 1) было исключено, но заменено значением 0,80. При полном же исключении резко отклоняющихся значений лаборатория удаляется из списка лабораторий-участниц по любому материалу. Исключение значения



только по материалу 4 (лаборатория 8) из базы данных *R1* сопровождается формированием Таблицы А6.29 (1-R2-OD), которая является базой данных *R2*.

*А6.6.3 Альтернативный вариант обработки резко отклоняющихся значений в особых случаях* – Решение, принятое относительно сохранения значения диапазона 1,10 (материал 1, лаборатория 1) позволяет рассмотреть возможность комбинированного использования вариантов 1 и 2 для обработки выбросов. При проведении части 2 этапа 2 специалист имеет право использовать подстановочное значение 0,80, определённое по графику АОТ (вариант 2) для данного значения диапазона (лаборатория 1) вместо его полного исключения. Это альтернативный подход, который может быть использован на основе решения, принятого специалистом.

## **А6.7 Часть 2: Исключение резко отклоняющегося значения – Этап 3**

А6.7.1 Итоговые результаты по прецизионности, полученные по варианту 1 в Части 2 приведены в Таблице А6.35 (6-R2-OD). Сравнение результатов, полученных при замене выбросов (вариант 2) и их исключении (вариант 1), т.е. Таблиц А6.21 (6-R2-OR) и А6.35 (6-R2-OD), показывает, что при использовании варианта 1 получают более низкие значения *g* и *R*.

## **А6.8 Обсуждение результатов по прецизионности, полученных при обработке резко отклоняющихся значений по вариантам 1 и 2**

А6.8.1 *Сравнение варианта 1 (исключение выбросов) с вариантом 2 (замена выбросов подставными значениями с использованием графиков АОТ)* – Результаты, полученные при использовании разных вариантов обработки выбросов, представлены в Таблице А6.37. В Таблице А6.38 даны коэффициенты понижения *g* и *R*. Обе таблицы подробно рассмотрены ниже.

А6.8.1.1 Сходимость, практически, одинаковая для материалов 1 и 2 при использовании двух вариантов обработки выбросов. Однако для материала 3 и, особенно, для материала 4 использование варианта 1 (исключение выбросов) приводит к существенному понижению *g* или значительному улучшению сходимости. Для усреднённых значений прецизионности коэффициент понижения составил 0,65 при исключении выбросов и 0,78 при замене выбросов. Уровень улучшения сходимости при варианте 1, в общей сложности, было на 20 % выше, чем при варианте 2.

А6.8.1.2 Воспроизводимость оказалась, практически, одинаковой для материалов 1 и 3 при использовании двух вариантов обработки данных. Для материала 2 достигается улучшение воспроизводимости при исключении выбросов (вариант 1). Значительное улучшение воспроизводимости получено для материала 4 при использовании варианта 1. Для усреднённых значений прецизионности коэффициент понижения составил 0,64 при исключении выбросов и 0,70 при замене выбросов. Уровень улучшения воспроизводимости при варианте 1, в общей сложности, было на 9 % выше, чем при варианте 2.

А6.8.2 *Прецизионность метода при испытании четырёх материалов* – Результаты анализа прецизионности метода при испытании четырёх разных материалов с использованием методики исключения резко отклоняющихся значений (вариант 1) показана в Таблице А6.37. Эти результаты были введены в стандартную таблицу в формате Таблицы 6, описанной в Разделе 12. Прецизионность метода определения вязкости по Муни представлена в Таблице А6.39 стандартного формата, в которой указаны все параметры прецизионности и число лабораторий, оставшихся в базе данных ИТР после исключения всех резко отклоняющихся значений.

А6.8.2.1 Приблизённо равные значения сходимости, *g*, для материалов 1, 2 и 4, составляющие, соответственно, 0,92, 0,76 и 1,03, значительно отличаются от группы значений, вычисленных для этих же материалов на основе исходной базы данных: 1,29, 3,43 и 2,54. Удаление выбросов из ячеек привело к понижению *g* и показало, что все три значения почти равны. С технической точки зрения в этом нет ничего удивительного, т.к. материалы 1, 2, 4 – ненаполненные каучуки, которые должны реагировать на процесс измерения одинаковым образом при проведении испытаний в рамках одной лаборатории.

А6.8.2.2 Материал 3 представляет собой маточную смесь на основе БСК, наполненную теухглеродом (SBR-BMB), которая содержит 65,0 частей технического углерода N339/100 частей



каучука. Следует обратить внимание, что сходимость метода при испытании материала 3 намного (в 2,7 раза) ниже (более высокое значение  $r$ ) по сравнению со сходимостью, достигаемой при испытании остальных трёх материалов. Причина низкой точности рассматривается в пункте А6.8.3.

А6.8.2.3 Значения воспроизводимости,  $R$ , для материалов 1 и 4 практически равны (2,71 и 2,50) при варианте 1 обработки выбросов. Для материала 2 установлено самое низкое значение  $R$  (1,49). Для материала 3 опять определили самое высокое значение  $R$  (10,84), которое почти в 5 раз превышает значения  $R$ , вычисленные для трёх других материалов (сходимость же в 2,7 раза ниже, чем при испытании других материалов). При испытании материалов 1 – 4 исключение резко отклоняющихся значений (вариант 1) позволило значительно улучшить воспроизводимость (более низкое значение  $R$ ) по сравнению со значениями, полученными на основе исходной базы данных: соответственно, 3,37, 1,97, 15,15, 8,84. Следует обратить внимание на значительные расхождения между значениями  $R$  для материалов 1, 2 и 4 при анализе исходной базы данных по сравнению с более приближающимися значениями  $R$  по этим же материалам, при исключении резко отклоняющихся значений, что отмечалось выше.

А6.8.2.4 Приблизённо равная воспроизводимость,  $R$ , для материалов 1 и 4 (БСК и НК) является вполне прогнозируемым результатом для двух ненаполненных каучуков, испытываемых в разных лабораториях. Материал 2 (эталонный бутилкаучук) получен с высокой степенью однородности в разных кипах. Он используется как эталонный каучук для проверки функционирования вискозиметров Муни. Однородность материала частично обуславливает его высокие характеристики. Кроме того, этот каучук не подвергался смешению с другими ингредиентами.

А6.8.3 Прецизионность метода при испытании маточной смеси на основе БСК, содержащей технический углерод – Низкие характеристики материала 3 (маточной смеси на основе БСК, содержащей технический углерод) стали предметом исследования после проведения ИТР. Последующие лабораторные исследования показали, что проблема была связана с процедурой приготовления маточной смеси до определения вязкости по Муни. Такие параметры процесса приготовления маточной смеси как температура вальцов, зазор между вальцами и время смешения не были строго заданными и регулируемые. Установлено, что все эти факторы играют важную роль в уровне пластикации каучука. Изменчивость в процессе приготовления маточных смесей послужила причиной низкой прецизионности метода испытания. Неоднородность пластикации обуславливает разную вязкость.

А6.8.3.1 Пластикация БСК, содержащего масло и технический углерод, представляет собой (1) разрыв связей, существующих между молекулами каучука и технического углерода, (2) а также обычный разрыв цепи. Ненаполненные БСК 1712 и НК тоже претерпевали разрыв цепи, но присутствие дополнительного более интенсивного механизма в случае БСК, содержащего масло и технический углерод, обусловило повышенную восприимчивость к условиям смешения, что привело к низкой прецизионности метода испытания. Методы D1646 и ISO289 были пересмотрены для исключения операции обработки на вальцах для каучуков, содержащих масло и технический углерод.

А6.8.3.2 Из-за низкой прецизионности (высокие значения  $r$  и  $R$ ) для маточная смесь на основе БСК, содержащая технический углерод, этот материал не был включён в вычисления усреднённых значений (Таблица А6.39). Усреднение рекомендуют выполнять только тогда, когда значения прецизионности довольно близки, или изменяются определённым известным образом для всех материалов в ИТР.

А6.8.4 *Заключительные результаты оценки прецизионности* – Трёхэтапная оценка прецизионности, включающая предварительный анализ исходной базы данных, исключение резко отклоняющихся значений по показателям  $h$  и  $k$  при 5%-ном уровне значимости (этап 1) и 2%-ом уровне значимости (этап 2) на основе пересмотренных баз данных, показала улучшенную сходимость и воспроизводимость по сравнению с параметрами прецизионности, вычисленными на основе исходной базы данных. При исключении резко отклоняющихся значений по варианту 1 получали почти одинаковые значения  $r$  и  $R$  для трёх ненаполненных каучуков. Удовлетворительные результаты оценки прецизионности можно получить, используя любой из вариантов обработки выбросов, но в случае варианта 1 выполняют меньший объём вычислений и получают более высокую прецизионность метода испытания. Вариант 1 предпочтителен, когда в ИТР участвуют 9 или большее число лабораторий.

А6.8.4.1 Трёхэтапный анализ по варианту 1 позволяет выделить основную группу лабораторий, характеризующихся высоким уровнем контроля метода определения вязкости по Муни. Таблица А6.29 (1-R2-OD) показывает, что из базы данных исключены по три резко отклоняющихся значения, представленных лабораториями 4 и 8. Этим двум лабораториям с низким уровнем контроля проведения испытаний следует повысить уровень профессионализма. Лаборатории 1 тоже



необходимо совершенствовать практические навыки. Лаборатории 1 имела два резко отклоняющихся значения, одно из которых не было исключено по варианту 1, о чём говорилось выше. Лаборатории 8, имевшей одно резко отклоняющееся значение, стоит обращать больше внимания процедуре проведения испытаний. Основная группа, в которую входят 5 лабораторий (2, 3, 5, 6 и 7), характеризуются высоким уровнем контроля проведения испытаний в условиях своих баз. Для материалов 1, 2, 4 относительная сходимости,  $r$ , составляла, соответственно, 1,8 %, 1,1 %, 1,0 %. Относительная воспроизводимость,  $R$ , для этих материалов была, соответственно, 5,4%, 2,2%, 2,5%. Прецизионность, полученная основной группой лабораторий, должна быть эталонной для метода определения вязкости по Муни в резиновой промышленности

**Таблица А6.1 (1) – Вязкость по Муни: исходные базовые данные, полученные при выполнении программы межлабораторных испытаний (ИТР)**

№ лаборатории	Материал 1		Материал 2		Материал 3		Материал 4	
	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2
1	48,8	49,9	70,0	70,3	72,3	74,2	100,0	99,5
2	51,0	51,0	68,0	68,5	69,0	70,0	97,5	98,0
3	50,4	49,9	68,1	68,6	72,6	73,6	98,7	99,6
4	51,0	49,5	68,0	68,0	79,0	75,5	98,0	95,0
5	50,3	50,1	68,5	68,5	76,0	77,1	100,2	100,4
6	52,4	53,3	69,5	69,0	80,4	82,3	99,0	99,1
7	50,8	50,8	69,5	69,4	71,8	72,4		99,4
8	51,0	51,0	69,5	68,5	76,0	76,0	104,0	103,0
9	48,1	48,3	69,5	68,6	63,6	61,6	93,0	91,2
Среднее по дням	50,42	50,31	68,84	68,82	73,41	73,63	98,81	98,36
Среднее по 2 дням		50,37		68,83		73,52		98,58
Межлаб. среднеквадрат. отклонение	1,28	1,13	0,74	0,67	5,17	5,66	2,88	3,41
Усреднённое межлаб. среднеквадрат. отклонение		1,21		0,71		5,42		3,16

**Таблица А6.2 (2) – Средние внутри ячеек и квадраты средних внутри ячеек: исходные данные**

Среднее внутри ячейки					Квадрат среднего внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	49,35	70,15	73,25	99,75	1	2435,42	4921,02	5365,56	9950,06
2	51,00	68,25	69,50	97,75	2	2601,00	4658,06	4830,25	9555,06
3	50,15	68,35	73,10	99,15	3	2515,02	4671,72	5343,61	9830,72
4	50,25	68,00	77,25	96,50	4	2525,06	4624,00	5967,56	9312,25
5	50,20	68,50	76,55	100,30	5	2520,04	4692,25	5859,90	10060,09
6	52,35	69,25	81,35	99,05	6	2740,52	4795,56	6617,82	9810,90
7	50,80	69,45	72,10	99,15	7	2580,64	4823,30	5198,41	9830,72
8	51,00	68,75	76,00	103,50	8	2601,00	4726,56	5776,00	10712,25
9	48,20	68,80	62,60	92,10	9	2323,24	4733,44	3918,76	8482,41
T1 =	453,300	619500	661,700	887,250	T2 =	22841,950	42645,925	48877,880	87544,473
Среднее средних по ячейкам по материалам	50,37	68,83	73,52	98,58					
Дисперсия среднего по ячейкам	1,3425	0,4594	28,5282	9,5513					
Среднеквадрат. откл. среднего по ячейкам	1,159	0,678	5,341	3,091					

Примечание – Дисперсия среднего внутри ячейки =  $S^2$  (Yav)





**Таблица А6.3 (3) – Отклонения средних значений ячеек (d) и значения h ячеек: исходные данные**

Отклонение среднего значения ячейки, d					Значение h ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	-1,02	1,32	-0,27	1,17	1	-0,88	<b>1,94</b>	-0,05	0,38
2	0,63	-0,58	-4,02	-0,83	2	0,55	-0,86	-0,75	-0,27
3	-0,22	-0,48	-0,42	0,57	3	-0,19	-0,71	-0,08	0,18
4	-0,12	-0,83	3,73	-2,08	4	-0,10	-1,23	0,70	-0,67
5	-0,17	-0,33	3,03	1,72	5	-0,14	-0,49	0,57	0,56
6	1,96	0,42	7,83	0,47	6	1,71	0,61	1,47	0,15
7	0,43	0,62	1,42	0,57	7	0,37	0,91	-0,27	0,18
8	0,63	-0,08	2,48	4,92	8	0,56	-0,12	0,46	1,59
9	-2,17	-0,03	-10,92	-6,48	9	<b>-1,87</b>	-0,05	<b>-2,04</b>	<b>-2,10</b>
Среднее по ячейкам всех лабораторий	50,37	68,83	73,52	98,58	h(crit) при 5%-м уровне значимости и указанном числе лабораторий (p)				
Среднекв. откл. средних по ячейкам	1,159	0,678	5341	3,091	p =	9	9	9	9
					h(crit)	1,78	1,78	1,78	1,78
					№ лаб. для которой вычисленное значение h превышает h(crit)	9	1	9	9

Значения h, превышающие h(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом  
 $h = d/S(Y_{av})$ ,

где: d = среднее внутри ячейки i – среднее по всем ячейкам, S (Y<sub>av</sub>) = среднеквадратическое отклонение среднего внутри ячейки

**Таблица А6.4 (4R) – Диапазоны ячеек и квадраты диапазонов ячеек: исходные данные**

Диапазон ячейки					Квадрат диапазона ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,100	0,300	1,900	0,500	1	1,210	0,090	3,610	0,250
2	0,000	0,500	1,000	0,500	2	0,000	0,250	1,000	0,250
3	0,500	0,500	1,000	0,900	3	0,250	0,250	1,000	0,810
4	1,500	0,000	3,500	3,000	4	2,250	0,000	12,250	9,000
5	0,200	0,000	1,100	0,200	5	0,040	0,000	1,210	0,040
6	0,100	0,500	1,900	0,100	6	0,010	0,250	3,610	0,010
7	0,000	0,100	0,600	0,500	7	0,000	0,010	0,360	0,250
8	0,000	0,500	0,000	1,000	8	0,000	0,250	0,000	1,000
9	0,200	0,400	2,000	1,800	9	0,040	0,160	4,000	3,240
Средний диапазон	0,400	0,311	1,444	0,944	T3 =	3,8000	1,2600	27,0400	14,8500

T3 = сумма квадратов диапазонов ячеек;

Алгоритм вычисления диапазона любой ячейки ИТР, с дублирующими значениями в ячейках (сxx и dxx): при IF ((сxx - dxx)<0, (сxx - dxx)\*-1, (сxx - dxx)).



**Таблица А6.5 (4s) – Среднеквадратические отклонения и дисперсии внутри ячеек: исходные данные**

Среднеквадратические отклонения внутри ячейки					Дисперсия внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,778	0,212	1,344	0,354	1	0,6050	0,0450	1,8050	0,1250
2	0,000	0,354	0,707	0,354	2	0,0000	0,1250	0,5000	0,1250
3	0,354	0,354	0,707	0,636	3	0,1250	0,1250	0,5000	0,4050
4	1,061	0,000	2,475	2,121	4	1,1250	0,0000	6,1250	4,5000
5	0,141	0,000	0,778	0,141	5	0,0200	0,0000	0,6050	0,0200
6	0,071	0,354	1,344	0,071	6	0,0050	0,1250	1,8050	0,0050
7	0,000	0,071	0,424	0,354	7	0,0000	0,0050	0,1800	0,1250
8	0,000	0,354	0,000	0,707	8	0,0000	0,1250	0,0000	0,5000
9	0,141	0,283	1,414	1,273	9	0,0200	0,0800	2,0000	1,6200
Усред. среднеквадр. откл. по ячейкам	0,459	0,265	1,226	0,908	T4=	1,90000	0,63000	13,52000	7,42500
				Усреднённая дисперсия		0,2111	0,0700	1,5022	0,8250

**Таблица А6.6 (5) – Значения k внутри ячеек: исходные данные**

№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,69	0,80	1,10	0,39
2	0,00	1,34	0,58	0,39
3	0,77	1,34	0,58	0,70
4	<b>2,31</b>	0,00	<b>2,02</b>	<b>2,34</b>
5	0,31	0,00	0,63	0,16
6	0,15	1,34	1,10	0,08
7	0,00	0,27	0,35	0,39
8	0,00	1,34	0,00	0,78
9	0,31	1,07	1,15	1,40
Усреднённое среднеквадратическое отклонение	0,459	0,265	1,226	0,908
k(crit) при 5%-ном уровне значимости, n=2 и указанном числе лабораторий (p)				
p =	9	9	9	9
k(crit) =	1,90	1,90	1,90	1,90
№ лаб. с k > k(crit)	4	нет	4	4

Значения k, превышающие k(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$$k = S(i)/S_r$$

где:

S(i) – среднеквадратическое отклонение по отдельной ячейке;

S<sub>r</sub> – усреднённое среднеквадратическое отклонение по всем лабораториям



**Таблица А6.7 (6) – Вязкость по Муни: вычисление параметров прецизионности на основе исходной базы данных**

ИТР для n =		2	2	2	2
p =		9	9	9	9
		Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
T1 =		453,300	619,500	661,700	887,250
T2 =		22841,950	42645,925	48877,880	87544,473
T4 =		1,90000	0,63000	13,52000	7,42500
Вычисление 1	$(Sr)^2 = T4/p =$	0,2111	0,0700	1,5022	0,8250
$(SL)^2 = \{[p T2 - (T1)^2] / p (p-1)\} - [(Sr)^2 / 2]$					
Вычисление 2	$(SL)^2 =$	1,2369	0,4244	27,7771	9,1388
$(SR)^2 = (SL)^2 + (Sr)^2$					
Вычисление 3	$(SR)^2 =$	1,4481	0,4944	29,2793	9,9638
$r = 2,8[(Sr)^2]^{0,5} = \text{Сходимость}$					
Вычисление 4	r =	1,287	0,741	3,432	2,543
$R = 2,8[(SR)^2]^{0,5} = \text{Воспроизводимость}$					
Вычисление 5	R =	3,37	1,97	15,15	8,84
Среднее по материалу		50,37	68,83	73,52	98,58
Среднеквадратическое отклонение, Sr =		0,459	0,265	1,226	0,908
Среднеквадратическое отклонение, SR =		1,203	0,703	5,411	3,157

Относительная точность:	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
(r) ==>	2,55	1,08	4,67	2,58
(R) ==>	6,69	2,86	20,61	8,97

Этап 1: Резко отклоняющиеся значения при 5%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
Для h:	№ лаб.	9	1	9	9
Для k:	№ лаб.	4	нет	4	4



**Таблица А6.8 (1-R1-OR) – Вязкость по Муни: замена резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном уровне значимости, подстановочными значениями (график АОТ), обозначенными жирным/курсивным шрифтом**

№ лаборатории	Материал 1		Материал 2		Материал 3		Материал 4	
	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2
1	48,8	49,9	<b>69,6</b>	<b>70,0</b>	72,3	74,2	100,0	99,5
2	51,0	51,0	68,0	68,5	69,0	70,0	97,5	98,0
3	50,4	49,9	68,1	68,6	72,6	73,6	98,7	99,6
4	<b>49,8</b>	<b>50,7</b>	68,0	68,0	<b>76,2</b>	<b>78,4</b>	<b>95,9</b>	<b>97,1</b>
5	50,3	50,1	68,5	68,5	76,0	77,1	100,2	100,4
6	52,4	52,3	69,5	69,0	80,4	82,3	99,0	99,1
7	50,8	50,8	69,5	69,4	71,8	72,4	98,9	99,4
8	51,0	51,0	69,0	68,5	76,0	76,0	104,0	103,0
9	<b>49,3</b>	<b>49,5</b>	69,0	68,6	<b>68,0</b>	<b>70,0</b>	<b>95,9</b>	<b>97,1</b>
Среднее по дням	50,42	50,58	68,80	68,79	73,59	74,89	98,90	99,24
Среднее по 2 дням		50,50		68,79		74,24		99,07
Межлаб. среднеквадрат. отклонение	1,06	0,84	0,67	0,59	3,92	4,02	2,47	1,82
Усреднённое межлаб. среднеквадрат. отклонение		0,96		0,63		3,97		2,17

Подставленные в таблицу значения выделены жирным/курсивным шрифтом.

**Таблица А6.9 (2-R1-OR) – Средние внутри ячеек, квадраты средних внутри ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном уровне значимости**

Среднее ячейки					Квадрат среднего ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	49,35	69,80	73,25	99,75	1	2435,42	4872,04	5365,56	9950,06
2	51,00	68,25	69,50	97,75	2	2601,00	4658,06	4830,25	9555,06
3	50,15	68,35	73,10	99,15	3	2515,02	4671,72	5343,61	9830,72
4	50,25	68,00	77,30	96,50	4	2525,06	4624,00	5975,29	9312,25
5	50,20	68,50	76,55	100,30	5	2520,04	4692,25	5859,90	10060,09
6	52,35	69,25	81,35	99,05	6	2740,52	4795,56	6617,82	9810,90
7	50,80	69,45	72,10	99,15	7	2580,64	4823,30	5198,41	9830,72
8	51,00	68,75	76,00	103,50	8	2601,00	4726,56	5776,00	10712,25
9	49,40	68,80	69,00	96,50	9	2440,36	4733,44	4761,00	9312,25
T1 =	454,500	619,150	668,150	891,650	T2 =	22959,070	42596,943	49727,848	88374,313
Среднее по ячейкам по материалам	50,50	68,79	74,24	99,07					
Дисперсия среднего по ячейкам	0,8525	0,3578	15,6417	4,5707					
Среднеквадр. откл. для среднего по ячейкам	0,923	0,598	3,955	2,138					

Примечание – Дисперсия средних по ячейкам =  $S^2(Y_{av})$



**Таблица А6.10 (3-R1-OR) – Отклонения среднего ячеек (d) и значения h ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для выбросов при 5%-ном уровне значимости**

Отклонение среднего ячейки, d					Значение h ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	-1,15	1,01	-0,99	0,68	1	-1,25	1,68	-0,25	0,32
2	0,50	-0,54	-4,74	-1,32	2	0,54	-0,91	-1,20	-0,62
3	-0,35	-0,44	-1,14	0,08	3	-0,38	-0,74	-0,29	0,04
4	-0,12	-0,83	3,73	-2,57	4	-0,27	-1,33	0,77	-1,20
5	-0,17	-0,33	3,03	1,23	5	-0,32	-0,49	0,58	0,57
6	1,96	0,42	7,83	0,02	6	2,00	0,61	1,80	-0,01
7	0,43	0,62	1,42	0,08	7	0,32	1,10	-0,54	0,04
8	0,63	-0,08	2,48	4,43	8	0,54	-0,07	0,45	<b>2,07</b>
9	-2,17	-0,03	-10,92	-2,57	9	-1,19	0,01	-1,32	-1,20
Среднее по ячейкам всех лабораторий	50,50	68,79	74,24	99,07	h(crit) при 2%-м уровне значимости и указанном. числе лабораторий (p)				
Среднекв. откл. средних по ячейкам	0,923	0,598	3,955	2,138	p =	9	9	9	9
					h(crit)	2,00	2,00	2,00	2,00
					№ лаб. для которой вычисленное значение h превышает h(crit)	нет	нет	нет	8

Значения h, превышающие h(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$h = d/S(Y_{av})$ ,

где: d = среднее по ячейке i – среднее по всем ячейкам, S (Y<sub>av</sub>) = среднеквадратическое отклонение средних по ячейкам.

**Таблица А6.11 (4R-R1-OR) – Диапазоны ячеек, квадраты диапазонов ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном уровне значимости**

Диапазон ячейки					Квадрат диапазона ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,100	0,400	1,900	0,500	1	1,210	0,160	3,610	0,250
2	0,000	0,500	1,000	0,500	2	0,000	0,250	1,000	0,250
3	0,500	0,500	1,000	0,900	3	0,250	0,250	1,000	0,810
4	0,900	0,000	2,200	1,200	4	0,810	0,000	4,840	1,440
5	0,200	0,000	1,100	0,200	5	0,040	0,000	1,210	0,040
6	0,100	0,500	1,900	0,100	6	0,010	0,250	3,610	0,010
7	0,000	0,100	0,600	0,500	7	0,000	0,010	0,360	0,250
8	0,000	0,500	0,000	1,000	8	0,000	0,250	0,000	1,000
9	0,200	0,400	2,000	1,200	9	0,040	0,160	4,000	1,440
Средний диапазон	0,333	0,322	1,300	0,678	T3 =	2,3600	1,3300	19,6300	5,4900

T3 – сумма квадратов диапазонов ячеек;





**Таблица А6.12 (4S-R1-OR) – Среднеквадратические отклонения и дисперсии  
Внутри ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся  
значений при 5%-ном уровне значимости**

Среднеквадратическое отклонение внутри ячейки					Дисперсия внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,778	0,283	1,344	0,354	1	0,6050	0,0800	1,8050	0,1250
2	0,000	0,354	0,707	0,354	2	0,0000	0,1250	0,5000	0,1250
3	0,354	0,354	0,707	0,636	3	0,1250	0,1250	0,5000	0,4050
4	0,636	0,000	1,556	0,849	4	0,4050	0,0000	2,4200	0,7200
5	0,141	0,000	0,778	0,141	5	0,0200	0,0000	0,6050	0,0200
6	0,071	0,354	1,344	0,071	6	0,0050	0,1250	1,8050	0,0050
7	0,000	0,071	0,424	0,354	7	0,0000	0,0050	0,1800	0,1250
8	0,000	0,354	0,000	0,707	8	0,0000	0,1250	0,0000	0,5000
9	0,141	0,283	1,414	0,849	9	0,0200	0,0800	2,0000	0,7200
Усред. среднеквадр. отклонение по ячейкам	0,362	0,272	1,044	0,552	T4 =	1,18000	0,66500	9,81500	2,74500
Усреднённая дисперсия						0,1311	0,0739	1,0906	0,3050

**Таблица А6.13 (5-R1-OR) – Значения k: подстановочные значения (график АОТ)  
для резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	2,15	1,04	1,29	0,64
2	0,00	1,30	0,68	0,64
3	0,98	1,30	0,68	1,15
4	1,76	0,00	1,49	1,54
5	0,39	0,00	0,74	0,26
6	0,20	1,30	1,29	0,13
7	0,00	0,26	0,41	0,64
8	0,00	1,30	0,00	1,28
9	0,39	1,04	1,35	1,54
Усреднённое среднеквадратическое отклонение	0,362	0,272	1,044	0,552
k(crit) при 2%-ном уровне значимости, n=2 и указанном числе лабораторий (p)				
p =	9	9	9	9
k(crit) =	2,09	2,09	2,09	1,90
№ лаб. с k > k(crit)	1	нет	нет	нет

Значения k, превышающие k(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$$k = S(i)/S_r$$

где:

S(i) – среднеквадратическое отклонение по отдельной ячейке;

S<sub>r</sub> – усреднённое среднеквадратическое отклонение по всем лабораториям



**Таблица А6.14 (6-R1-OR) – Вязкость по Муни: вычисление параметров прецизионности при замене резко отклоняющихся значений, выявленных при 5%-ном уровне значимости, подстановочными значениями (график АОТ)**

=	ИТР для n	2	2	2	2
	p =	9	9	9	9
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
	T1 =	454,500	619,500	668,150	891,650
	T2 =	22959,070	42596,943	49727,848	88374,313
	T4 =	1,18000	0,66500	9,81500	2,74500
Вычисление 1	$(S_r)^2 = T_4/p =$	0,1311	0,0739	1,0906	0,3050
$(S_L)^2 = \{[p T_2 - (T_1)^2] / p (p-1)\} - [(S_r)^2 / 2]$					
Вычисление 2	$(S_L)^2 =$	0,7869	0,3208	15,0965	4,4182
$(S_R)^2 = (S_L)^2 + (S_r)^2$					
Вычисление 3	$(S_R)^2 =$	0,9181	0,3947	16,1870	4,7232
$r = 2,8[(S_r)^2]^{0,5} =$ Сходимость					
Вычисление 4	r =	1,014	0,761	2,924	1,546
$R = 2,8[(S_R)^2]^{0,5} =$ Воспроизводимость					
Вычисление 5	R =	2,68	1,76	11,27	6,09
Среднее по материалу		50,50	68,79	74,24	99,07
Среднеквадратическое отклонение, $S_r =$		0,362	0,272	1,044	0,552
Среднеквадратическое отклонение, $S_R =$		0,958	0,628	4,023	2,173

Относительная точность:	<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
(r)==>	2,01	1,11	3,94	1,56
(R)==>	5,31	2,56	15,17	6,14

Этап 1: Резко отклоняющиеся значения при 5%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	9	1	9	9
Для k:	№ лаб.	4	нет	4	4
Этап 2: Резко отклоняющиеся значения при 2%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	нет	нет	нет	8
Для k:	№ лаб.	1(а)	нет	нет	нет

Примечание: значения по материалу 1 лаборатории 1 не были удалены при определении показателя k при 2%-ном уровне значимости. См. обсуждение в Приложении А6.



**Таблица А6.15 (1-R2-OR) – Вязкость по Муни: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1		Материал 2		Материал 3		Материал 4	
	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2
1	<b>49,0</b>	<b>49,9</b>	<b>69,6</b>	<b>70,0</b>	72,3	74,2	100,0	99,5
2	51,0	51,0	68,0	68,5	69,0	70,0	97,5	98,0
3	50,4	49,9	68,1	68,6	72,6	73,6	98,7	99,6
4	<b>49,8</b>	<b>50,7</b>	68,0	68,0	<b>76,2</b>	<b>78,4</b>	95,9	97,1
5	50,3	50,1	68,5	68,5	76,0	77,1	100,2	100,4
6	52,4	52,3	69,5	69,0	80,4	82,3	99,0	99,1
7	50,8	50,8	69,5	69,4	71,8	72,4	98,9	99,4
8	51,0	51,0	69,0	68,5	76,0	76,0	100,7	101,7
9	<b>49,3</b>	<b>49,5</b>	69,0	68,6	68,0	70,0	95,9	97,1
Среднее по дням	50,44	50,57	68,80	68,79	73,59	74,89	98,53	99,10
Среднее по 2 дням		50,51		68,79		74,24		98,82
Межлаб. среднеквадрат. отклонение	1,02	0,85	0,67	0,59	3,92	4,02	1,77	1,51
Усреднённое межлаб. среднеквадрат отклонение		0,94		0,63		3,97		1,64

Подставленные в таблицу значения выделены жирным/курсивным шрифтом.

**Таблица А6.16 (2-R2-OR) – Средние внутри ячеек, квадраты средних внутри ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Среднее внутри ячейки					Квадрат среднего ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	49,40	69,80	73,25	99,75	1	2440,36	4872,04	5365,56	9950,06
2	51,00	68,25	69,50	97,75	2	2601,00	4658,06	4830,25	9555,06
3	50,15	68,35	73,10	99,15	3	2515,02	4671,72	5343,61	9830,72
4	50,25	68,00	77,30	96,50	4	2525,06	4624,00	5975,29	9312,25
5	50,20	68,50	76,55	100,30	5	2520,04	4692,25	5859,90	10060,09
6	52,35	69,25	81,35	99,05	6	2740,52	4795,56	6617,82	9810,90
7	50,80	69,45	72,10	99,15	7	2580,64	4823,30	5198,41	9830,72
8	51,00	68,75	76,00	101,20	8	2601,00	4726,56	5776,00	10241,44
9	49,40	68,80	69,00	96,50	9	2440,36	4733,44	4761,00	9312,25
T1 =	454,550	619,150	668,150	889,350	T2 =	22964,008	42596,943	49727,848	87903,503
Среднее по ячейкам по материалам	50,51	68,79	74,24	98,82					
Дисперсия среднего по ячейкам	0,8384	0,3578	15,6417	2,6125					
Среднеквад. откл. для среднего по ячейкам	0,916	0,598	3,955	1,616					

Примечание – Дисперсия средних по ячейкам =  $S^2(Y_{av})$



**Таблица А6.17 (3-R2-OR) – Отклонения средних по ячейкам (d) и значения h по ячейкам: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Отклонение среднего внутри ячеек, d					Значение h внутри ячеек				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	-1,11	1,01	-0,99	0,93	1	-1,21	1,68	-0,25	0,58
2	0,49	-0,54	-4,74	-1,07	2	0,54	-0,91	-1,20	-0,66
3	-0,36	-0,44	-1,14	0,33	3	-0,39	-0,74	-0,29	0,21
4	-0,26	-0,79	3,06	-2,32	4	-0,28	-1,33	0,77	-1,43
5	-0,31	-0,29	2,31	1,48	5	-0,33	-0,49	0,58	0,92
6	1,84	0,46	7,11	0,23	6	2,01	0,76	1,80	0,14
7	0,29	0,66	-2,14	0,33	7	0,32	1,10	-0,54	0,21
8	0,49	-0,04	1,76	2,38	8	0,54	-0,07	0,45	1,47
9	-1,11	-0,01	-5,24	-2,32	9	-1,21	0,01	-1,32	-1,43
Среднее по ячейкам всех лабораторий	50,51	68,79	74,24	98,82	h(crit) при 2%-м уровне значимости и указанном числе лабораторий (p)				
Среднекв. откл. средних по ячейкам	0,916	0,598	3,955	1,616	p =	9	9	9	9
					h(crit)	2,00	2,00	2,00	2,00
					№ лаб. для которой вычисленное значение h превышает h(crit)	нет	нет	нет	нет

Значения h, превышающие h(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$h = d/S(\bar{Y}_{av})$ ,

где: d = среднее внутри ячейки i – среднее по всем ячейкам, S ( $\bar{Y}_{av}$ ) = среднеквадратическое отклонение среднего внутри ячейки.

**Таблица А6.18 (4R-R2-OR) – Диапазоны ячеек, квадраты диапазонов ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Диапазон ячеек					Квадрат диапазона ячеек				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,800	0,400	1,900	0,500	1	0,640	0,160	3,610	0,250
2	0,000	0,500	1,000	0,500	2	0,000	0,250	1,000	0,250
3	0,500	0,500	1,000	0,900	3	0,250	0,250	1,000	0,810
4	0,900	0,000	2,200	1,200	4	0,810	0,000	4,840	1,440
5	0,200	0,000	1,100	0,200	5	0,040	0,000	1,210	0,040
6	0,100	0,500	1,900	0,100	6	0,010	0,250	3,610	0,010
7	0,000	0,100	0,600	0,500	7	0,000	0,010	0,360	0,250
8	0,000	0,500	0,000	1,000	8	0,000	0,250	0,000	1,000
9	0,200	0,400	2,000	1,200	9	0,040	0,160	4,000	1,440
Средний диапазон	0,300	0,322	1,300	0,678	T3 =	1,7900	1,3300	19,6300	5,4900

T3 = сумма квадратов диапазонов ячеек;



**Таблица А6.19 (4S-R2-OR) – Среднеквадратические отклонения и дисперсии ячеек: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Среднеквадратическое отклонение ячейки					Дисперсия ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,566	0,283	1,344	0,354	1	0,3200	0,0800	1,8050	0,1250
2	0,000	0,354	0,707	0,354	2	0,0000	0,1250	0,5000	0,1250
3	0,354	0,354	0,707	0,636	3	0,1250	0,1250	0,5000	0,4050
4	0,636	0,000	1,556	0,849	4	0,4050	0,0000	2,4200	0,7200
5	0,141	0,000	0,778	0,141	5	0,0200	0,0000	0,6050	0,0200
6	0,071	0,354	1,344	0,071	6	0,0050	0,1250	1,8050	0,0050
7	0,000	0,071	0,424	0,354	7	0,0000	0,0050	0,1800	0,1250
8	0,000	0,354	0,000	0,707	8	0,0000	0,1250	0,0000	0,5000
9	0,141	0,283	1,414	0,849	9	0,0200	0,0800	2,0000	0,7200
Усред. среднеквадр. отклонение по ячейкам	0,315	0,272	1,044	0,552	T4 =	0,89500	0,66500	9,81500	2,74500
Усреднённая дисперсия						0,0994	0,0739	1,0906	0,3050

**Таблица А6.20 (5-R2-OR) – Значения k: подстановочные значения (график АОТ) для резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,79	1,04	1,29	0,64
2	0,00	1,30	0,68	0,64
3	1,12	1,30	0,68	1,15
4	2,02	0,00	1,49	1,54
5	0,45	0,00	0,74	0,26
6	0,22	1,30	1,29	0,13
7	0,00	0,26	0,41	0,64
8	0,00	1,30	0,00	1,28
9	0,45	1,04	1,35	1,54
Усреднённое среднеквадратическое отклонение	0,315	0,272	1,044	0,552
k(crit) при 2%-ном уровне значимости, n=2 и указанном числе лабораторий (p)				
p =	9	9	9	9
k(crit) =	2,09	2,09	2,09	1,90
№ лаб. с k > k(crit)	нет	нет	нет	нет

Значения k, превышающие k(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$$k = S(i)/S_r$$

где:

S(i) – среднеквадратическое отклонение по отдельной ячейке;

S<sub>r</sub> – усреднённое среднеквадратическое отклонение по всем лабораториям





**Таблица А6.21 (6-R2-OR) – Вязкость по Муни: вычисление параметров прецизионности после замены резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (график АОТ) при 5%-ном и 2%-ном уровнях значимости**

=	ИТР для n	2	2	2	2
	ρ =	9	9	9	9
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
	T1 =	454,500	619,150	668,150	889,350
	T2 =	22964,008	42596,943	49727,848	87903,503
	T4 =	0,89500	0,66500	9,81500	2,74500
Вычисление 1	$(S_r)^2 = T_4 / \rho =$	0,0994	0,0739	1,0906	0,3050
$(S_L)^2 = \{[\rho T_2 - (T_1)^2] / \rho (\rho - 1)\} - [(S_r)^2 / 2]$					
Вычисление 2	$(S_L)^2 =$	0,7887	0,3208	15,0965	2,4600
$(S_R)^2 = (S_L)^2 + (S_r)^2$					
Вычисление 3	$(S_R)^2 =$	0,8881	0,3947	16,1870	2,7650
$r = 2,8[(S_r)^2]^{0,5} =$ Сходимость					
Вычисление 4	r =	0,883	0,761	2,924	1,546
$R = 2,8[(S_R)^2]^{0,5} =$ Воспроизводимость					
Вычисление 5	R =	2,64	1,76	11,27	4,66
Среднее по материалу		50,51	68,79	74,24	98,82
Среднеквадратическое отклонение, $S_r =$		0,315	0,272	1,044	0,552
Среднеквадратическое отклонение, $S_R =$		0,942	0,628	4,023	1,663

Относительная точность:	<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
(r)=>	1,75	1,11	3,94	1,56
(R)=>	5,22	2,56	15,17	4,71

Этап 1: Резко отклоняющиеся значения при 5%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	9	1	9	9
Для k:	№ лаб.	4	нет	4	4
Этап 2: Резко отклоняющиеся значения при 2%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	нет	нет	нет	8
Для k:	№ лаб.	1	нет	нет	нет



**Таблица А6.22 (1-R1-OD) – Вязкость по Муни – Пересмотренная база данных: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1		Материал 2		Материал 3		Материал 4	
	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2
1	48,8	49,9			72,3	74,2	100,0	99,5
2	51,0	51,0	68,0	68,5	69,0	70,0	97,5	98,0
3	50,4	49,9	68,1	68,6	72,6	73,6	98,7	99,6
4			68,0	68,0				
5	50,3	50,1	68,5	68,5	76,0	77,1	100,2	100,4
6	52,4	52,3	69,5	69,0	80,4	82,3	99,0	99,1
7	50,8	50,8	69,5	69,4	71,8	72,4	98,9	99,4
8	51,0	51,0	69,0	68,5	76,0	76,0	104,0	103,0
9			69,0	68,6				
Среднее по дням	50,67	50,71	68,70	68,64	74,01	75,09	99,76	99,86
Среднее по 2 дням		50,69		68,67		74,55		98,81
Межлаб. среднеквадрат. отклонение	1,08	0,86	0,64	0,41	3,73	3,94	2,07	1,56
Усреднённое межлаб. среднеквадрат. отклонение		0,97		0,54		3,84		1,83

**Таблица А6.23 (2-R1-OD) – Средние внутри ячеек и квадраты средних внутри ячеек: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

Среднее внутри ячейки					Квадрат среднего внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	49,35		73,25	99,75	1	2435,42		5365,56	9950,06
2	51,00	68,25	69,50	97,75	2	2601,00	4658,06	4830,25	9555,06
3	50,15	68,35	73,10	99,15	3	2515,02	4671,72	5343,61	9830,72
4		68,00			4		4624,00		
5	50,20	68,50	76,55	100,30	5	2520,04	4692,25	5859,90	10060,09
6	52,35	69,25	81,35	99,05	6	2740,52	4795,56	6617,82	9810,90
7	50,80	69,45	72,10	99,15	7	2580,64	4823,30	5198,41	9830,72
8	51,00	68,75	76,00	103,50	8	2601,00	4726,56	5776,00	10712,25
9		68,80			9		4733,44		
T1 =	354,850	549,350	521,850	698,650	T2 =	17993,648	37724,903	38991,558	69749,813
Среднее по ячейкам по материалам	50,69	68,67	74,55	99,81					
Дисперсия среднего по ячейкам	0,8812	0,2464	14,6067	3,2587					
Среднеквад. откл. для среднего по ячейкам	0,939	0,496	3,822	1,805					

Примечание – Дисперсия средних по ячейкам = S<sup>2</sup> (Yav)



**Таблица А6.24 (3-R1-OD) – Отклонения средних по ячейкам (d) и значения h по ячейкам: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

Отклонение среднего внутри ячейки, d					Значение h внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	-1,34		-1,30	-0,06	1	-1,43		-0,34	-0,03
2	0,31	-0,42	-5,05	-2,06	2	0,33	-0,84	-1,32	-1,14
3	-0,54	-0,32	-1,45	-0,66	3	-0,58	-0,64	-0,38	-0,36
4		-0,67			4		-1,33		-
5	-0,49	-0,17	2,00	0,49	5	-0,53	-0,49	0,52	0,27
6	1,66	0,58	6,80	-0,76	6	2,01	1,17	1,78	-0,42
7	0,11	0,78	-2,45	-0,66	7	0,11	1,57	-0,64	-0,36
8	0,31	0,08	1,45	3,69	8	0,33	0,16	0,38	<b>2,05</b>
9		0,13			9		0,26		
Среднее по ячейкам всех лабораторий					h(crit) при 2%-м уровне значимости и указанном числе лабораторий (p)				
50,37									
Среднекв. откл. средних по ячейкам					p =				
0,939					7 8 7 7				
					h(crit)				
					1,89 1,95 1,89 1,89				
					№ лаб., для которой вычисленное значение h превышает h(crit)				
					нет нет нет 8				

Значения h, превышающие h(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$$h = d/S(Y_{av})$$

где: d = среднее внутри ячейки i – среднее по всем ячейкам, S (Y<sub>av</sub>) = среднеквадратическое отклонение среднего внутри ячейки.

**Таблица А6.25 (4R-R1-OD) – Диапазоны ячеек, квадраты диапазонов ячеек: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

Диапазон ячеек					Квадрат диапазона ячеек				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,100		1,900	0,500	1	1,210		3,610	0,250
2	0,000	0,500	1,000	0,500	2	0,000	0,250	1,000	0,250
3	0,500	0,500	1,000	0,900	3	0,250	0,250	1,000	0,810
4		0,000			4	0,000	0,000	4,840	0,000
5	0,200	0,000	1,100	0,200	5	0,040	0,000	1,210	0,040
6	0,100	0,500	1,900	0,100	6	0,010	0,250	3,610	0,010
7	0,000	0,100	0,600	0,500	7	0,000	0,010	0,360	0,250
8	0,000	0,500	0,000	1,000	8	0,000	0,250	0,000	1,000
9		0,400			9		0,160		
Средний диапазон	0,271	0,313	1,071	0,529	T3 =	1,5100	1,1700	10,7900	2,6100

T3 = сумма квадратов диапазонов ячеек;



**Таблица А6.26 (4S-R1-OD) – Среднеквадратические отклонения и дисперсии внутри ячеек: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

Среднеквадратическое отклонение внутри ячейки					Дисперсия внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,778		1,344	0,354	1	0,6050		1,8050	0,1250
2	0,000	0,354	0,707	0,354	2	0,0000	0,1250	0,5000	0,1250
3	0,354	0,354	0,707	0,636	3	0,1250	0,1250	0,5000	0,4050
4		0,000			4		0,0000		
5	0,141	0,000	0,778	0,141	5	0,0200	0,0000	0,6050	0,0200
6	0,071	0,354	1,344	0,071	6	0,0050	0,1250	1,8050	0,0050
7	0,000	0,071	0,424	0,354	7	0,0000	0,0050	0,1800	0,1250
8	0,000	0,354	0,000	0,707	8	0,0000	0,1250	0,0000	0,5000
9		0,283			9		0,0800		
Усред. среднеквадр. отклонение по ячейкам	0,328	0,270	0,878	0,432	T4 =	0,75500	0,58500	5,39500	1,30500
				Усреднённая дисперсия		0,1079	0,0731	0,7707	0,1864

**Таблица А6.27 (5-R1-OD) – Значения k: исключение резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	2,37		1,53	0,82
2	0,00	1,31	0,81	0,82
3	1,08	1,31	0,81	1,47
4		0,00		
5	0,43	0,00	0,89	0,33
6	0,22	1,31	1,53	0,16
7	0,00	0,26	0,41	0,82
8	0,00	1,31	0,00	1,64
9		1,05	1,35	
Усреднённое среднеквадратическое отклонение	0,328	0,270	0,878	0,432
k(crit) при 2%-ном уровне значимости, n=2 и указанном числе лабораторий (p)				
p =	7	8	7	7
k(crit) =	1,90	1,90	1,90	1,90
№ лаб. с k > k(crit)	1	нет	нет	нет

Значения k, превышающие k(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$$k = S(i)/S_r$$

где:

S(i) – среднеквадратическое отклонение по отдельной ячейке;

S<sub>r</sub> – усреднённое среднеквадратическое отклонение по всем лабораториям



**Таблица А6.28 (6-R1-OD) – Вязкость по Муни: вычисление параметров прецизионности после исключения резко отклоняющихся значений при 5%-ном уровне значимости**

=	ИТР для n	2	2	2	2
	p =	7	8	7	7
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
	T1 =	354,850	549,350	521,850	698,650
	T2 =	17993,648	37724,903	38991,558	69749,813
	T4 =	0,75500	0,58500	5,39500	1,30500
Вычисление 1	$(S_r)^2 = T_4/p =$	0,1079	0,0731	0,7707	0,1864
$(S_L)^2 = \{[p T_2 - (T_1)^2] / p (p-1)\} - [(S_r)^2 / 2]$					
Вычисление 2	$(S_L)^2 =$	0,8273	0,2098	14,2213	3,1655
$(S_R)^2 = (S_L)^2 + (S_r)^2$					
Вычисление 3	$(S_R)^2 =$	0,9351	0,2829	14,9920	3,3519
$r = 2,8[(S_r)^2]^{0,5} =$ Сходимость					
Вычисление 4	r =	0,920	0,757	2,458	1,209
$R = 2,8[(S_R)^2]^{0,5} =$ Воспроизводимость					
Вычисление 5	R =	2,71	1,49	10,84	5,13
Среднее по материалу		50,69	68,67	74,55	98,81
Среднеквадратическое отклонение, $S_r =$		0,328	0,270	0,878	0,432
Среднеквадратическое отклонение, $S_R =$		0,967	0,532	3,873	1,831

Относительная точность:	<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
(r)==>	1,81	1,10	3,30	1,21
(R)==>	5,34	2,17	14,54	5,14

Этап 1: Резко отклоняющиеся значения при 5%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	9	1	9	9
Для k:	№ лаб.	4	нет	4	4
Этап 2: Резко отклоняющиеся значения при 2%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	нет	нет	нет	8
Для k:	№ лаб.	1(a)	нет	нет	нет





**Таблица А6.29 (1-R2-OD) – Вязкость по Муни: пересмотренная база данных после исключения резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1		Материал 2		Материал 3		Материал 4	
	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2	День 1	День 2
1	48,8	49,9			72,3	74,2	100,0	99,5
2	51,0	51,0	68,0	68,5	69,0	70,0	97,5	98,0
3	50,4	49,9	68,1	68,6	72,6	73,6	98,7	99,6
4			68,0	68,0				
5	50,3	50,1	68,5	68,5	76,0	77,1	100,2	100,4
6	52,4	52,3	69,5	69,0	80,4	82,3	99,0	99,1
7	50,8	50,8	69,5	69,4	71,8	72,4	98,9	99,4
8	51,0	51,0	69,0	68,5	76,0	76,0		
9			69,0	68,6				
Среднее по дням	50,67	50,71	68,70	68,64	74,01	75,09	99,05	99,33
Среднее по 2 дням		50,69		68,67		74,55		99,19
Межлаб. среднеквадрат. отклонение	1,08	0,86	0,64	0,41	3,73	3,94	0,98	0,78
Усреднённое межлаб. среднеквадрат. отклонение		0,97		0,54		3,84		0,89

Примечание – Значения в ячейке по материалу 1 (лаборатория 1) не исключены при 2%-ном уровне значимости (см. Приложение А6).

**Таблица А6.30 (2-R2- OD) – Средние внутри ячеек и квадраты средних внутри ячеек после исключения резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Среднее внутри ячейки					Квадрат среднего внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	49,35		73,25	99,75	1	2435,42	0,00	5365,56	9950,06
2	51,00	68,25	69,50	97,75	2	2601,00	4658,06	4830,25	9555,06
3	50,15	68,35	73,10	99,15	3	2515,02	4671,72	5343,61	9830,72
4		68,00			4		4624,00		
5	50,20	68,50	76,55	100,30	5	2520,04	4692,25	5859,90	10060,09
6	52,35	69,25	81,35	99,05	6	2740,52	4795,56	6617,82	9810,90
7	50,80	69,45	72,10	99,15	7	2580,64	4823,30	5198,41	9830,72
8	51,00	68,75	76,00		8	2601,00	4726,56	5776,00	
9		68,80			9		4733,44		
T1 =	354,850	549,350	521,850	595,150	T2 =	17993,648	37724,903	38991,558	59037,563
Среднее по ячейкам по материалам	50,69	68,67	74,55	99,19					
Дисперсия среднего по ячейкам	0,8812	0,2464	14,6067	0,7284					
Среднеквад. откл. для среднего по ячейкам	0,939	0,496	3,822	0,853					

Примечание – Дисперсия средних внутри ячейки =  $S^2(Y_{av})$



**Таблица А6.31 (3-R2-OD) – Отклонения средних внутри ячеек (d) и значения h внутри ячеек после исключения резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Отклонение среднего внутри ячейки, d					Значение h внутри ячейки				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	-1,34		-1,30	0,56	1	-1,43		-0,34	0,65
2	0,31	-0,42	-5,05	-1,44	2	0,33	-0,84	-1,32	-1,69
3	-0,54	-0,32	-1,45	-0,04	3	-0,58	-0,64	-0,38	-0,17
4		-0,67			4		-1,35		-
5	-0,49	-0,17	2,00	1,11	5	-0,53	-0,34	0,52	1,30
6	1,66	0,58	6,80	-0,14	6	1,77	1,17	1,78	-0,42
7	0,11	0,78	-2,45	-0,04	7	0,11	1,57	-0,64	-0,05
8	0,31	0,08	1,45		8	0,33	0,16	0,38	
9		0,13	-		9		0,26		
Среднее по ячейкам всех лабораторий	50,69	68,67	74,55	99,19	h(crit) при 2%-м уровне значимости и указанном числе лабораторий (p)				
Среднекв. откл. средних по ячейкам	0,939	0,496	3,822	0,853	p =	7	8	7	6
					h(crit)	1,89	1,95	1,89	1,80
					№ лаб. для которой вычисленное значение h превышает h(crit)	нет	нет	нет	нет

Значения h, превышающие h(crit), выделены жирным/курсивным шрифтом.

$h = d/S(Y_{av})$ ,

где: d = среднее внутри ячейки i – среднее по всем ячейкам, S (Y<sub>av</sub>) = среднеквадратическое отклонение среднего внутри ячейки.

**Таблица А6.32 (4R-R2-OD) – Диапазоны ячеек и квадраты диапазонов ячеек после исключения резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Диапазон ячеек					Квадрат диапазона ячеек				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	1,100		1,900	0,500	1	1,210		3,610	0,250
2	0,000	0,500	1,000	0,500	2	0,000	0,250	1,000	0,250
3	0,500	0,500	1,000	0,900	3	0,250	0,250	1,000	0,810
4		0,000			4		0,000		
5	0,200	0,000	1,100	0,200	5	0,040	0,000	1,210	0,040
6	0,100	0,500	1,900	0,100	6	0,010	0,250	3,610	0,010
7	0,000	0,100	0,600	0,500	7	0,000	0,010	0,360	0,250
8	0,000	0,500	0,000		8	0,000	0,250	0,000	
9		0,400			9		0,160		
Средний диапазон	0,271	0,313	1,071	0,450	T3 =	1,5100	1,1700	10,7900	1,6100

T3 = сумма квадратов диапазонов ячеек;



**Таблица A6.33 (4S-R2-OD) – Среднеквадратические отклонения и дисперсии по ячейкам после исключения резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

Среднеквадратическое отклонение по ячейкам					Дисперсия по ячейкам				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	0,778		1,344	0,354	1	0,6050		1,8050	0,1250
2	0,000	0,354	0,707	0,354	2	0,0000	0,1250	0,5000	0,1250
3	0,354	0,354	0,707	0,636	3	0,1250	0,1250	0,5000	0,4050
4		0,000			4		0,0000		
5	0,141	0,000	0,778	0,141	5	0,0200	0,0000	0,6050	0,0200
6	0,071	0,354	1,344	0,071	6	0,0050	0,1250	1,8050	0,0050
7	0,000	0,071	0,424	0,354	7	0,0000	0,0050	0,1800	0,1250
8	0,000	0,354	0,000		8	0,0000	0,1250	0,0000	
9		0,283			9		0,0800		
Усред. среднеквадр. отклонение по ячейкам	0,328	0,270	0,878	0,366	T4 =	0,75500	0,58500	5,39500	0,80500
				Усреднённая дисперсия		0,1079	0,0731	0,7707	0,1342

**Таблица A6.34 (5-R2-OD) – Значения k: исключение резко отклоняющихся значений при 2%-ном уровне значимости**

№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	2,37		1,53	0,97
2	0,00	1,31	0,81	0,97
3	1,08	1,31	0,81	1,74
4		0,00		
5	0,43	0,00	0,89	0,39
6	0,22	1,31	1,53	0,19
7	0,00	0,26	0,48	0,97
8	0,00	1,31	0,00	
9		1,05		
Усреднённое среднеквадратическое отклонение	0,328	0,270	0,878	0,366
k(crit) при 2%-ном уровне значимости, n=2 и указанном числе лабораторий (p)				
p =	7	8	7	6
k(crit) =	2,04	2,07	2,04	2,00
№ лаб. с k > k(crit)	нет	нет	нет	нет



**Таблица А6.35 (6-R2-OD) – Вязкость по Муни: Вычисление параметров прецизионности метода испытания – Конечные результаты**

=	ИТР для n	2	2	2	2
	p =	7	8	7	6
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
	T1 =	354,850	549,350	521,850	595,150
	T2 =	17993,648	37724,903	38991,558	59037,563
	T4 =	0,75500	0,58500	5,39500	0,80500
Вычисление 1	$(Sr)^2 = T4/p =$	0,1079	0,0731	0,7707	0,1342
$(SL)^2 = \{[p T2 - (T1)^2] / p (p-1)\} - [(Sr)^2 / 2]$					
Вычисление 2	$(SL)^2 =$	0,8273	0,2098	14,2213	0,6613
$(SR)^2 = (SL)^2 + (Sr)^2$					
Вычисление 3	$(SR)^2 =$	0,9351	0,2829	14,9920	0,7955
$r = 2,8[(Sr)^2]^{0,5} =$ Сходимость					
Вычисление 4	r =	0,920	0,757	2,458	1,026
$R = 2,8[(SR)^2]^{0,5} =$ Воспроизводимость					
Вычисление 5	R =	2,71	1,49	10,84	2,50
Среднее по материалу		50,69	68,67	74,55	99,19
Среднеквадратическое отклонение, Sr =		0,328	0,270	0,878	0,366
Среднеквадратическое отклонение, SR =		0,967	0,532	3,872	0,892

Относительная точность:	<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
(r)==>	1,81	1,10	3,30	1,03
(R)==>	5,34	2,17	14,54	2,52

Этап 1: Резко отклоняющиеся значения при 5%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	9	1	9	9
Для k:	№ лаб.	4	нет	4	4
Этап 2: Резко отклоняющиеся значения при 2%-ном уровне значимости для материалов 1 – 4					
		<b>Материал 1</b>	<b>Материал 2</b>	<b>Материал 3</b>	<b>Материал 4</b>
Для h:	№ лаб.	нет	нет	нет	8
Для k:	№ лаб.	1(a)	нет	нет	нет



**Таблица А6.36 – Подстановочные значения, используемые взамен резко отклоняющихся значений при 5%-ном и 2%-ном уровнях значимости**

Часть А: График АОТ – Подстановочные значения для показателя (PRV)				
1. График АОТ: PRV для резко отклоняющихся средних по ячейке				
1		69,7 (0,30)		
8				<b>101,2 (1,00)</b>
9	49,4 (0,20)		69,0 (2,00)	96,5 (1,80)
Примечание – Ячейки с PRV для средних по ячейке представлены с диапазонами отдельных ячеек, указанными в скобках.				
2. График АОТ: PRV для резко отклоняющихся диапазонов ячеек				
1	<b>0,80 (49,35)</b>			
4	0,85 (50,25)		2,20 (77,25)	1,20 (96,50)
Примечание – Ячейки с PRV для диапазонов ячеек представлены со средними по отдельным ячейкам, указанными в скобках.				

Часть В: График АОТ – Подстановочные значения для данных в ячейке (DRV)				
3. График АОТ: DRV для резко отклоняющихся средних по ячейкам				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1		69,6; 70,0		
8				<b>100,7; 101,7</b>
9	49,3; 49,5		68,0; 70,0	95,6; 97,4
4. График АОТ: DRV для резко отклоняющихся диапазонов ячеек				
№ лаборатории	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4
1	<b>49,8; 49,0</b>			
4	49,8; 50,7		76,2; 78,4	95,9; 97,1

ПРИМЕЧАНИЕ – Подстановочные значения при 2%-ном уровне значимости (график АОТ) указаны жирным и курсивным шрифтом.

**Таблица А6.37 – Сравнение методик обработки резко отклоняющихся значений**

Часть 1 Методика обработки резко отклоняющихся значений	Сходимость, г				Усреднённая точность
	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	
Исходная база данных (резко отклоняющиеся значения не исключены)	1,29	0,74	3,43	2,54	2,26
Замена резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (график АОТ), вариант 2 (а)	0,88	0,76	2,92	1,55	1,75
Исключение резко отклоняющихся значений, вариант 1 (а)	0,92	0,76	2,46	1,03	1,46

Часть 2 Методика обработки резко отклоняющихся значений	Воспроизводимость, R				Усреднённая точность
	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	
Исходная база данных (резко отклоняющиеся значения не исключены)	3,37	1,97	15,15	8,84	8,98
Замена резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (график АОТ), вариант 2 (а)	2,64	1,76	11,27	4,66	6,30
Исключение резко отклоняющихся значений, вариант 1 (а)	2,71	1,49	10,84	2,50	5,77

(а) Конечные результаты определения прецизионности.

ПРИМЕЧАНИЕ – См. Таблицу А6.36 по материалам и лабораториям, для которых указаны резко отклоняющиеся значения.



**Таблица А6.38 – Относительные коэффициенты понижения параметров прецизионности  $\sigma$  и R**

Часть 1 Методика обработки резко отклоняющихся значений	Коэффициент понижения сходимости, $\sigma$				Усреднённая точность
	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	
Исходная база данных (резко отклоняющиеся значения не исключены)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Замена резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (график АОТ), вариант 2 (а)	0,68	1,0	0,85	0,61	0,78
Исключение резко отклоняющихся значений, вариант 1 (а)	0,71	1,0	0,72	0,41	0,65

Часть 2 Методика обработки резко отклоняющихся значений	Коэффициент понижения воспроизводимости, R				Усреднённая точность
	Материал 1	Материал 2	Материал 3	Материал 4	
Исходная база данных (резко отклоняющиеся значения не исключены)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Замена резко отклоняющихся значений подстановочными значениями (график АОТ), вариант 2 (а)	0,78	0,89	0,74	0,53	0,70
Исключение резко отклоняющихся значений, вариант 1 (а)	0,80	0,76	0,72	0,28	0,64

(а) Итоговые результаты по прецизионности.

Коэффициент понижения = (пересмотренная база данных для оценки прецизионности / исходная база данных для оценки прецизионности)

ПРИМЕЧАНИЕ – Материалы и лаборатории, для которых обнаружены резко отклоняющиеся значения, указаны в Таблице А6.36.

**Таблица А6.39 – Прецизионность метода определения вязкости по Муни**

Материал	Средний уровень	Внутрилабораторная			Межлабораторная			Число лабораторий (b)
		Sr	r	(r)	SR	R	(R)	
1. БСК 1712	50,7	0,328	0,92	1,81	0,967	2,71	5,35	7
2. Бутилкаучук	68,7	0,270	0,76	1,10	0,532	1,49	2,17	8
3. Маточная смесь на основе БСК, содержащая теуглерод	74,6	0,878	2,46	3,29	3,87	10,84	14,5	7
4. НК	99,2	0,366	1,03	1,03	0,892	2,50	2,52	6
Усреднённые значения (а)	72,9	0,328	0,918	1,26	0,819	2,29	3,14	

(а) Усреднённые значения вычислены только для материалов 1, 2 и 4 с исключением маточной смеси на основе БСК. См. пояснения в пункте А6.8.4.1.

(b) Число лабораторий после исключения резко отклоняющихся значений (вариант 1) при трёхэтапном анализе.

*Условные обозначения*

Sr – внутрилабораторное среднеквадратическое отклонение в единицах измерения;

r – сходимость в единицах измерения;

(r) – сходимость в процентах от среднего уровня;

SR – межлабораторное среднеквадратическое отклонение (для общей межлабораторной вариации в единицах измерения);

R – воспроизводимость в единицах измерения.

## Нормативные ссылки

- (1) Youden, W. J., "Graphical Analysis of Interlaboratory Test Results," *Industrial Quality Control*, 24-8, May 1959 .
- (2) Youden, W. J., and Steiner, E. H., *Statistical Manual of the Association of Official Analytical Chemists*, AOAC Washington DC, 1975.
- (3) Veith, A. G., "Precision in Polymer Testing: An Important World-Wide Issue," *Polymer Testing*, Vol 7, 1987, pp. 239-267.
- (4) Veith, A. G., "A New Approach to Evaluating Inter-Laboratory Testing Precision," *Polymer Testing*, Vol 12, 1993, pp. 113-184.
- (5) ASTM Customer Service, 100 Barr Harbor Dr, W. Conshohocken, PA 19428, USA; Phone: 610-832-9585, Fax: 610-832-9555, web site: [www.astm.org](http://www.astm.org).



*Международное Американское общество по испытаниям и материалам (ASTM International) не придерживается какой-либо конкретной позиции в отношении законности любых патентных прав, отстаиваемых в связи с каким-либо положением, упомянутым в данном стандарте. Ответственность за определение законности таких патентных прав, а также риска их нарушения полностью лежит на лицах, использующих настоящий стандарт.*

*Данный стандарт подлежит пересмотру ответственным техническим комитетом в любое время. Стандарт должен пересматриваться каждые пять лет. В противном случае он утверждается заново или аннулируется. Любые ваши комментарии будут учтены как в процессе пересмотра данного стандарта, так и в процессе подготовки дополнительных стандартов. Направляйте ваши комментарии в штаб-квартиру ASTM International. Все они будут объективно рассмотрены собранием ответственного технического комитета, на котором вы можете присутствовать. Если вы считаете, что ваши комментарии не были рассмотрены надлежащим образом, вы можете поставить об этом в известность Комитет по стандартам ASTM, обратившись по адресу, указанному ниже.*

*Настоящий стандарт охраняется авторским правом Международного Американского общества по испытаниям и материалам (адрес: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States). Индивидуальные копии (одну или нескольких копий) настоящего стандарта можно заказать, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу, а также по телефону 610-832-9585, факсу 610-832-9555, по e-mail [service@astm.org](mailto:service@astm.org) или на сайт [www.astm.org](http://www.astm.org). Разрешение на фотокопирование стандарта может быть также получено на сайте ASTM ([www.astm.org/COPYRIGHT/](http://www.astm.org/COPYRIGHT/)).*