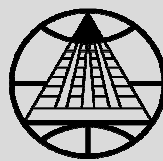

Eurachem 



CITAC
Cooperation on International
Traceability In Analytical Chemistry

Руководство ЕВРАХИМ / СИТАК

**Использование информации
о неопределенности
при оценке соответствия**

**Второе издание
2021**

Использование информации о неопределенности при оценке соответствия

Второе издание (2021)

Редакторы

Alex Williams (UK)
Bertil Magnusson (SE)

Состав рабочей группы*

Члены Еврахим

S. Ellison Chair	LGC, United Kingdom
B. Magnusson Secretary	Trollboken AB, Sweden
R. Bettencourt da Silva	Univ. Lisboa, Portugal
R. Becker	BAM, Germany
A. Brzyski	Eurachem Poland
E. Christie	Eurachem Ireland
K. Darbinyan	Eurachem Armenia
D. Ivanova	Eurachem Bulgaria
M. Inkret	Eurachem Slovenia
I. Leito	Univ Tartu, Estonia
R. Kaus	Eurachem Germany
O. Levbarg	Ukrmetrteststandart, Ukraine
T. Näykki	SYKE, Finland
P. Pablo Morillas	EUROLAB-España, Spain
O. Pellegrino	IPQ/DMET, Portugal
M. Rösslein	EMPA St. Gallen, Switzerland
E. Sahlin	RISE, Sweden
M. Sega	INRIM, Italy
E. Theodorsson	LIU, Sweden
P. Thomas	SCK CEN, Belgium
A. van der Veen	VSL, Netherlands
A. Williams	United Kingdom
R. Wood	United Kingdom
P. Yolcu Omeroglu	Eurachem TR, Turkey
V. Zonaras	BPI, Greece

Члены СИТАК

F. Rebello Lourenço	Univ. São Paulo, BR
F. Pennecchi	INRIM, Italy

*На момент принятия документа

Благодарности

Это издание было подготовлено рабочей группой ЕВРАХИМ/СИТАК, состав которой показан (справа). Редакторы благодарны всем этим лицам и организациям, а также всем, кто предоставил свои комментарии, советы и содействие.

Перевод с английского Р. Л. Кадиса, Ph.D.

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева

Цитирование

Эту публикацию следует цитировать* как:
"А. Уильямс и Б. Магнуссон. (ред.) Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК: Использование информации о неопределенности при оценке соответствия (2-е изд., 2021). ISBN 978-0-948926-38-9. Доступно на сайте www.eurachem.org."

*В соответствии с журнальными требованиями

Использование информации о неопределенности
при оценке соответствия

Английское издание

Второе издание 2021

ISBN 978-0-948926-38-9

Копирайт © 2021

Авторские права на этот документ принадлежат его авторам. Все запросы в отношении воспроизведения на любом носителе, включая перевод, следует направлять в секретариат ЕВРАХИМ.

Содержание

Предисловие	1
Сокращения и обозначения	2
1 Введение	3
2 Предмет рассмотрения	5
3 Определения	5
4 Правила принятия решений	7
4.1 Общие положения	7
4.2 Правило принятия решений «годен / не годен» на основе простой приемки	8
4.3 Правило принятия решений «годен / не годен» с использованием защитной полосы	8
4.4 Правила принятия решений с условными или неопределенными результатами	9
4.5 Правило принятия решений на основе двухэтапной процедуры	9
5 Выбор границ приемочной и браковочной зон	11
6 Установление приемлемого значения стандартной неопределенности	11
7 Рекомендации	13
Приложение А – Определение размера защитной полосы и приемочной границы	15
Приложение В – Примеры	19
Приложение С – Риски поставщика и потребителя	23
Приложение D – Определения	27
Библиография	29

Предисловие

Со времени первого издания этого руководства, работа по оценке соответствия проводилась в самых разных областях, в частности, в технике, при испытании электрических и механических изделий, и этот документ следовал принципам, изложенным в документе Американского общества инженеров-механиков (ASME) B89.7.3.1-2001.

«Соответствие» («compliance») и «согласие» («conformity») – это тесно связанные термины. ИСО часто использует термин «оценка согласия» («conformity assessment»); Американское общество инженеров-механиков рассматривает «соответствие техническим условиям» («conformance to specifications»). Оценка согласия может включать, однако, широкий спектр деятельности, от испытания изделий до контроля и лицензирования. Это руководство ЕВРАХИМ по оценке соответствия в первую очередь рассматривает вопрос о том, соответствует ли результат измерения допускаемым пределам, т.е. техническим условиям, допускам, предписанным границам, нормативным или законодательно установленным пределам. Соответственно, это руководство использует термины «соответствие» и «оценка соответствия» в отношении решений о соответствии установленным пределам. В ИСО/МЭК 17025 соответствие результата измерений установленным пределам часто используется как основание для «заключения о соответствии».

В настоящее издание внесены исправления с учетом положений документов: *Руководящие указания по правилам принятия решений и заявлениям о соответствии* (ILAC G8) и *Оценивание данных измерений – Роль неопределенности измерений при оценке соответствия* (JCGM 106).

Основные изменения во втором издании таковы:

- добавлен список сокращений и обозначения;
- введено представление о приемочной границе (acceptance limit);
- введены правила принятия решений для условных и неопределенных результатов (иногда называемые правилами принятия «неальтернативных» решений);
- для некоторых асимметричных случаев введено использование логнормального распределения;
- добавлено Приложение С, которое вводит глобальные и конкретные риски.

Сокращения и обозначения

В этом руководстве приняты следующие сокращения, акронимы и обозначения.

ASME	American Society of Mechanical Engineers Американское общество инженеров-механиков	IEC	International Electrotechnical Commission Международная электротехническая комиссия (МЭК)
BIPM	International Bureau of Weights and Measures Международное бюро мер и весов (МБМВ)	ISBN	International Standard Book Number Международный стандартный книжный номер
CITAC	Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry Международное сотрудничество по прослеживаемости в аналитической химии	ISO	International Organization for Standardization Международная организация по стандартизации (ИСО)
GUM	Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement Руководство по выражению неопределенности измерений	IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry Международный союз теоретической и прикладной химии
JCGM	Joint Committee for Guides in Metrology Объединенный комитет по руководствам в области метрологии	VIM	International Vocabulary of Metrology Международный словарь по метрологии
g	Защитная полоса	s	Стандартное отклонение
k	Коэффициент охвата	s_G	Стандартное отклонение логарифмированных данных (\log_e)
n	Число измерений	x_i	Измеренное значение
\exp	Экспоненциальная функция $\exp(x) = e^x$	u	Стандартная неопределенность
P	Вероятность (%) соответствия или несоответствия	u_{rel}	Относительная стандартная неопределенность
L	Допускаемый предел для соответствия	$\#U$	Фактор неопределенности
L_l	Допускаемый нижний предел	U	Расширенная неопределенность
L_u	Допускаемый верхний предел		

1 Введение

Чтобы использовать какой-то результат для принятия решения о том, указывает ли он на соответствие или несоответствие спецификации, необходимо принимать во внимание неопределенность измерений. Рисунок 1 иллюстрирует типичные ситуации, возникающие тогда, когда результаты измерений, например, концентрации определяемого компонента, используются для оценки соответствия верхнему пределу. Вертикальные отрезки показывают интервал расширенной неопределенности $\pm U$ для каждого измеренного значения, а соответствующие кривые показывают предполагаемую функцию плотности вероятности для значений измеряемой величины, демонстрируя тем самым, что вероятность того, что значение измеряемой величины лежит в середине интервала неопределенности, выше, чем по краям этого интервала. Случаи (i) и (v) достаточно ясны; результаты измерений, включающие неопределенности, дают убедительное доказательство того, что значение измеряемой величины находится значительно выше или значительно ниже предела. Однако, в случае (ii) есть высокая вероятность того, что значение измеряемой величины выше предела, но этот предел, тем не менее, находится внутри интервала расширенной неопределенности. В зависимости от обстоятельств и, в частности, от рисков, связанных с принятием ошибочного решения, вероятность неверного решения может быть, а может и не быть достаточно малой, чтобы оправдать решение о соответствии. Аналогично, в случае (iv) вероятность того, что значение измеряемой величины находится ниже предела, может быть, а может и не быть достаточной, чтобы принять результат и обосновать решение о соответствии. В случае (iii) вероятность неправильного решения составляет 50 %. Без дополнительной информации, которая должна основываться на рисках, связанных с принятием ошибочного решения, использовать эти три результата, случаи (ii), (iii) и (iv), для принятия решения о соответствии невозможно.

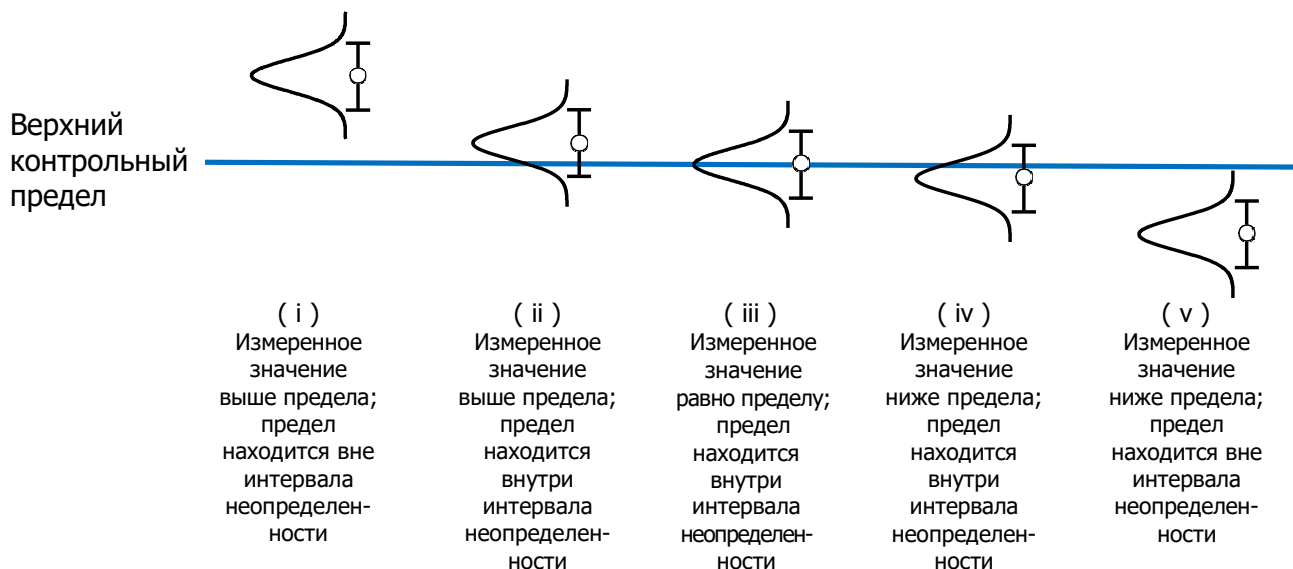


Рисунок 1 — Оценка соответствия верхнему пределу

NOTE: This page is intentionally empty.

2 Предмет рассмотрения

Этот документ дает руководство по установлению подходящих критериев для принятия однозначных решений о соответствии требованиям, когда результаты даны с информацией о неопределенности. Ключевым для оценки соответствия является понятие «Правила принятия решений». Эти правила дают предписание о приемке или браковке объекта на основании измеренного значения, его неопределенности и предела или пределов спецификации с учетом допустимого уровня вероятности принятия ошибочного решения.

В документе не рассматриваются случаи, связанные с решениями, основанными на нескольких измеряемых величинах. Некоторые приложения по оценке соответствия в случае нескольких измеряемых величин можно найти в [1, 2].

Когда решение о соответствии относится к проверяемой партии или группе веществ или материалов, может оказаться существенной составляющей неопределенности измерений, возникающая вследствие отбора проб. В этом руководстве предполагается, что если измеряемая величина подразумевает требования к пробоотбору, неопределенность включает составляющие, возникающие на стадии пробоотбора [3].

3 Определения

Термины, используемые в данном руководстве, соответствуют в основном *Международному словарю основных и общих терминов по метрологии (VIM)* [4], *Руководству по выражению неопределенности в измерениях (GUM)* [5] и *ILAC G8* [6]. Дополнительные термины взяты из *ASME B89.7.3.1-2001.1* [7]. Сводка наиболее важных определений, используемых в этом документе, дана в Приложении D – Определения.

NOTE: This page is intentionally empty.

4 Правила принятия решений

4.1 Общие положения

Ключевым для оценки соответствия является понятие «Правила принятия решений». Эти правила дают предписание о соответствии или несоответствии пределу спецификации с учетом допустимого уровня вероятности принятия ошибочного решения. ИСО/МЭК 17025 определяет правило принятия решения как *правило, которое описывает, как учитывается неопределенность измерений при принятии решения о соответствии установленному требованию* [8]. ИСО/МЭК 17025 требует также, чтобы там, где это уместно, используемое правило принятия решения было согласовано с заказчиком. ILAG G8 [6], JCGM 106 [9], отчет Eurolab 1/2017 [10] и WADA TD2019DL [11] дают обзор правил принятия решений и соответствия требованиям. На основе правила принятия решений могут быть определены «зона приемки» и «зона браковки», так что если результат измерения находится в зоне приемки, объект объявляется соответствующим требованиям, а если в зоне браковки, он объявляется несоответствующим требованиям. Границы зоны приемки называются «приемочными границами».

Правило принятия решений должно иметь хорошо документированный метод определения положения зон приемки и браковки, в идеале включающий допустимые уровни вероятности P того, что значение измеряемой величины 1) находится в границах поля допуска или 2) находится вне границы поля допуска.

Здесь случай 1) соответствует высокой уверенности в правильности приемки и низкой вероятности ошибочной приемки, а случай 2) – высокой уверенности в правильности браковки и низкой вероятности ошибочной браковки.

Определение зоны приемки/браковки обычно выполняется лабораторией при применении правила принятия решений.

Правило принятия решений может также регламентировать:

- максимальную допускаемую неопределенность, соответствующую данному пределу;
- предполагаемое распределение, например, нормальное или логнормальное (см. Приложение А);
- правила округления или отбрасывания цифр в измеренном значении перед оценкой соответствия;
- требуемое число повторных измерений (если они выполняются) и процедуру их использования, например, оценку соответствия с использованием индивидуальных результатов повторных измерений или после их предварительного усреднения;
- процедуры обработки резко отклоняющихся значений;
- дальнейшие действия, правила принятия неальтернативных решений;
- процедура, которой нужно следовать в случае условного результата, требующего дополнительных измерений;
- рекомендации в отношении того, как представлять соответствие/несоответствие, например, годен/не годен, в пределах допуска/вне допуска, в пределах спецификации/вне спецификации;
- рекомендации в отношении того, как сформулировать правило принятия решений, использованное в заявлении о соответствии.

4.2 Правило принятия решений «годен / не годен» на основе простой приемки

Во многих ситуациях правило принятия решений организуют таким образом, чтобы дать окончательное решение о соответствии: годен или не годен. В простейшем примере граница поля допуска (предел спецификации) используется в качестве приемочной границы, так что результат внутри этой границы считается соответствующим требованиям. Это называется «простой приемкой» или «распределенным риском» [6]. Ситуация соответствует зонам приемки и браковки, как это показано на Рисунке 2. Если результат измерения находится в зоне приемки, объект объявляется соответствующим («годен»), а если в зоне браковки – несоответствующим требованиям («не годен»). На Рисунке 1, где рассмотрен верхний предел, случаи (iv) и (v) находятся в зоне приемки, а случаи (i) и (ii) – в зоне браковки. Случай (iii) как правило означает приемку. Чтобы использовать это правило, обычно требуется, чтобы была рассмотрена неопределенность измерений, которая должна быть приемлемой для того, чтобы риск принятия ошибочного решения оставался приемлемым. Однако, для измеренных значений, близких к пределу, при использовании простой приемки существует риск (до 50 %) неправильного решения – см. Приложение С – Риск поставщика и потребителя.

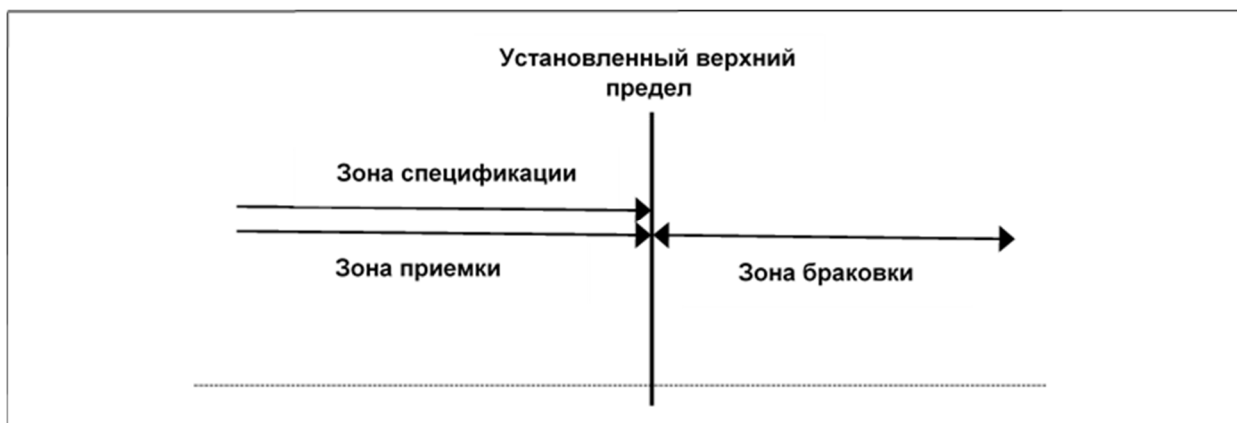


Рисунок 2 – Зоны приемки и браковки для простой приемки в случае установленного верхнего предела.
Приемочная граница совпадает с пределом спецификации

4.3 Правило принятия решений «годен / не годен» с использованием защитной полосы

Для измеренных значений, очень близких к пределу, или, когда неопределенность измерений велика, простая приемка может привести к неприемлемо высокому риску неправильного решения. Часто необходимо быть более уверенным в приемке или браковке проверяемого объекта. В этих ситуациях зоны приемки и браковки могут быть установлены, как показано на Рисунке 3. Так, на Рисунке 3b очень маловероятно, что для проверяемого объекта, который не соответствует требованиям, измеренное значение окажется внутри зоны приемки. Область g между установленным пределом и концом зоны приемки называется «защитной полосой», которая уменьшает риск неверного решения. Использование защитных полос обеспечивает особенно простой способ определения правил принятия решений; выбор размера защиты определяет зону приемки, которую можно использовать для принятия решений. В общем случае защитная полоса g будет кратна стандартной неопределенности u . В случае, когда относительная неопределенность составляет менее 15-20 %, а измеренное значение находится точно на верхней или нижней приемочной границе, защитная полоса,

равная $1,64u$, дает вероятность неправильного решения α , равную 5 %, а защитная полоса, равная $2,33u$, подразумевает вероятность α , равную 1 %. Кратность также может быть задана в явном виде; например, защитная полоса может быть установлена равной $2u$, т. е. в качестве защитной полосы используется расширенная неопределенность U , что дает вероятность неправильного решения α , равную 2,5 %. Защитная полоса также может быть установлена равной нулю, $g = 0$. Этот случай называется простой приемкой или «распределенным риском» (см. раздел 4.2). Определение размера защитной полосы обсуждается в Приложении А, а риски ложной браковки и ложной приемки рассматриваются в Приложении С.

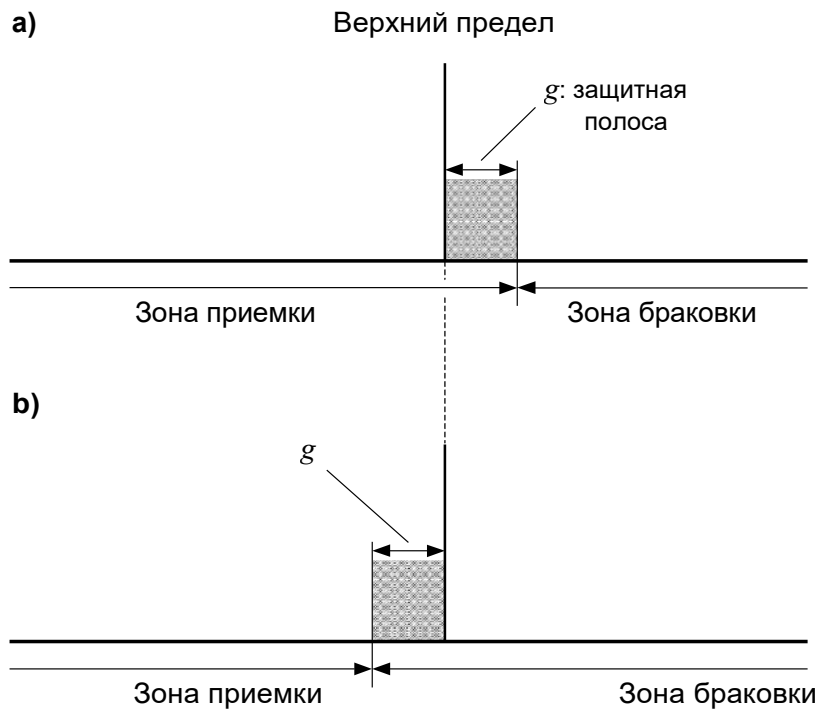


Рисунок 3 — Зоны приемки и браковки для верхнего предела.

На рисунке показаны относительные положения зон приемки и браковки при а) высокой уверенности в правильности браковки; б) высокой уверенности в правильности приемки. Интервал g называется *защитной полосой*.

Верхняя граница зоны приемки – это приемочная граница.

В некоторых случаях спецификация устанавливает верхний и нижний пределы, например, при контроле состава продукта. Зоны приемки и браковки для такого случая показаны на Рисунке 4. При этом защитные полосы были выбраны так, чтобы для образца, который соответствует требованиям, была высокая вероятность того, что измеряемая величина находится в пределах допусков, то есть высокая уверенность в правильности приемки.

4.4 Правила принятия решений с условными или неопределенными результатами

Некоторые процедуры принятия решений могут включать возможность «условного» решения «годен / не годен» или «неопределенного» результата, обычно, когда граница поля допуска находится внутри интервала расширенной неопределенности (см. случаи (ii), (iii) и (iv) на Рисунке 1). ILAC G8 [6] называет это правилами принятия «неальтернативных» решений.

Например, на Рисунке 1 случай (ii) можно рассматривать как «условно не годен», а случаи

(iii) и (iv) — как «условно годен». Как вариант, правило принятия решений может пометить эти три случая как «неопределенные».

Во многих случаях правило принятия решений будет предусматривать дальнейшую проверку такого условного или неопределенного результата.

ILAC G8 дает дополнительные примеры условной приемки и браковки.

4.5 Правило принятия решений на основе двухэтапной процедуры

Чтобы уменьшить риски ложной приемки и/или ложной браковки, в некоторых правилах принятия решений используется двухэтапная процедура, при которой в случае неопределенного результата выполняются дополнительные измерения. Общая двухэтапная процедура такого рода описана в ISO [12].

В таких процедурах не обязательно использовать одну и ту же методику измерений на каждом этапе. Например, чтобы снизить стоимость оценки соответствия, сначала можно выполнить менее дорогостоящие измерения со сравнительно большой неопределенностью (это часто называют «скрининговым тестированием»). Если первоначальный результат является неопределенным или близок к пределу, используют подтверждающую методику, дающую результаты с меньшей неопределенностью. Большинство решений по проверяемым объектам принимается тогда с достаточной уверенностью при невысоких затратах, в то время как сомнительные случаи разрешаются с помощью более дорогостоящего метода, имеющего большую достоверность.

Вероятности ложной приемки и/или ложной браковки в многоэтапных процедурах зависят от выбранных определенных этапов, и подходы к их оценке более сложны, чем для одноэтапных процедур. Рассмотрение вероятности для многоэтапных процедур выходит за рамки настоящего руководства.

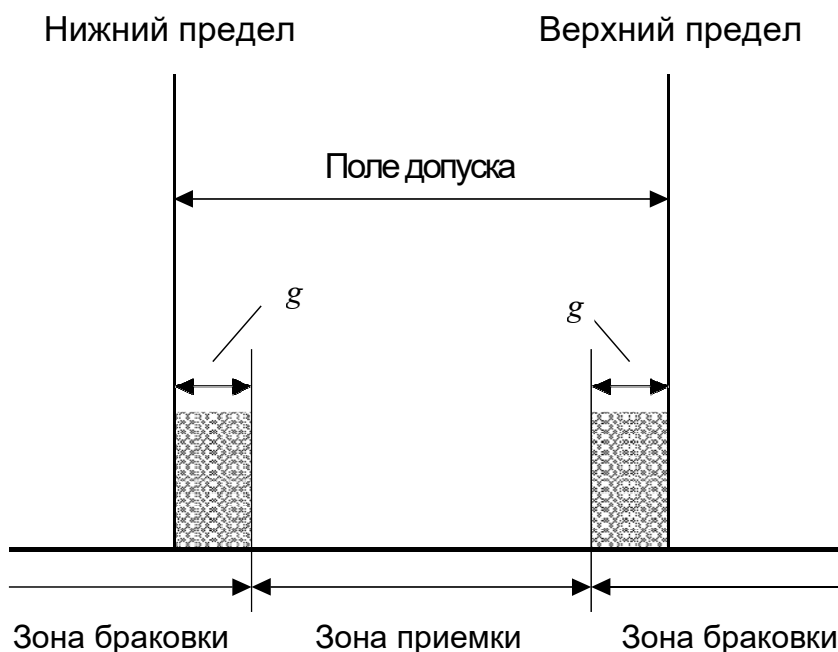


Рисунок 4 — Зоны приемки и браковки для поля допуска.
Рисунок показывает относительное положение установленных пределов и зон приемки и браковки для высокой уверенности в правильности приемки

5 Выбор границ приемочной и браковочной зон

Размер защитной полосы g выбирается в соответствии с требованиями правила принятия решений и на основе значения стандартной неопределенности u , полученной при измерении вблизи предела L . Например, если правилом принятия решений установлено, что для несоответствия требованиям измеренное значение должно быть больше, чем предел плюс $2u$, тогда размер защитной полосы равен $2u$, что дает приемочную границу $L + 2u$.

Аналогично, если правило принятия решений таково, что должна быть по крайней мере 95 % вероятность того, что значение измеряемой величины меньше предела L , тогда g выбирается так, чтобы для измеренного значения $L - g$ вероятность того, что значение измеряемой величины лежит ниже предела, равна 95 % – см. Рисунок 3b.

В большинстве случаев размер защитной полосы g будет простым кратным u , где u – стандартная неопределенность. В некоторых случаях в решающем правиле может быть указано значение используемого множителя. В общем, приемочная граница будет зависеть также от требуемого значения вероятности P и знания распределения значений измеряемой величины. В некоторых случаях g может быть более сложной функцией от u . Некоторые типичные ситуации описаны в приложении А.

6 Установление приемлемого значения стандартной неопределенности

Чем больше значение стандартной неопределенности u и чем ближе измеренное значение к пределу допуска, тем больше доля случаев, которые будут оценены неправильно. Например, в случае оценки соответствия верхнему пределу, когда защитная полоса не установлена, если измеренное значение более чем на $3u$ ниже предела, риск принятия неверного решения очень мал (около 0,1 %). Риск увеличивается по мере приближения измеренного значения к пределу: он составляет 2,3 %, когда измеренное значение отстоит от предела на $2u$, и 50 %, когда оно совпадает с пределом. Как правило, чем меньше значение u , тем выше стоимость измерения. Таким образом, в идеале u следует выбирать таким образом, чтобы минимизировать стоимость измерения плюс стоимость неправильного решения.

В некоторых областях анализа целевая (т.е. максимальная) неопределенность измерений [13] определяется вместе с максимальным и/или допускаемым пределом (или пределами) для измеряемой величины. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК по установлению и использованию целевой неопределенности [14] советует, как можно определить целевую неопределенность, если она не регламентирована или не определена заказчиком. Целевую неопределенность можно определить по ширине допустимого интервала для измеряемой величины (раздел 5.1.2 руководства) или по определенной приемочной границе для измеренной концентрации исходя из допустимого риска принятия неверного решения потребителем или поставщиком (раздел 5.1.4 руководства).

NOTE: This page is intentionally empty.

7 Рекомендации

Для того, чтобы принять решение о приемке/браковке объекта нужно иметь:

- а) спецификацию, указывающую верхний и/или нижний допускаемые пределы контролируемых характеристик (измеряемых величин);
- б) неопределенность измерений*; а также
- с) правило принятия решений, описывающее, как учитывается неопределенность измерений при приемке или браковке объекта в соответствии с его спецификацией и результатом измерений.

Правило принятия решений должно включать хорошо задокументированный метод однозначного определения размеров зоны приемки и зоны браковки, в идеале включающей минимальный допустимый уровень вероятности того, что измеряемая величина находится в пределах допусков. Оно должно обсуждать также процедуры, связанные, например, с повторными измерениями и выбросами (см. раздел 4.1).

Правило принятия решений может устанавливать размер зоны приемки или браковки с помощью соответствующей защитной полосы. Размер защитной полосы находят исходя из знания неопределенности измерений и минимального допустимого уровня вероятности того, что измеряемая величина находится в пределах допусков. Для обычных случаев, когда неопределенность приблизительно постоянна или, когда предполагаемое распределение погрешностей симметрично со стандартным отклонением, пропорциональным «истинному» значению, неопределенность, соответствующая пределу, может использоваться для расчета защитной полосы. Это описано в Приложении А – случаи 1-3.

Кроме того, ссылка на используемые правила принятия решений должна быть дана в заключении о соответствии.

* включая вклады в неопределенность, возникающие в процессе отбора проб, когда измеряемая величина определена через пробоотбор, например, при характеристике производственной партии, а не только лабораторной пробы.

NOTE: This page is intentionally empty.

Приложение А – Определение размера защитной полосы и приемочной границы

Размер защитной полосы g и, следовательно, приемочная граница выбираются в соответствии с требованиями правила принятия решений. Это зависит от:

1. значения неопределенности;
2. минимального приемлемого уровня вероятности P того, что значение измеряемой величины находится в пределах допусков (или, что то же самое, максимальной приемлемой вероятности того, что значение измеряемой величины не находится в пределах допусков); а также
3. имеющейся информации о распределении значений измеряемой величины.

Если относительная стандартная неопределенность составляет менее примерно 15–20 %, можно предположить, что распределение является нормальным [15]. Тогда размер g будет равен ku , как в случаях 1а и 1б ниже. Если известно эффективное число степеней свободы, значение k берется из t -распределения, как в случае 2. В других случаях, когда все еще известно, что значение измеряемой величины больше нуля, но относительная стандартная неопределенность превышает 20 %, нормальное распределение может быть неподходящим. Тогда размер g определяется исходя из формы распределения и желаемого значения P , как в случаях 3 и 4. Имеется ряд возможных распределений, которые можно использовать, например, логнормальное [15], бета [16] и гамма [9], которые дают сравнимые результаты при относительной неопределенности до 50 %. Дополнительные рекомендации по выбору распределения на основе имеющейся информации можно найти в JCGM 101:2008 [17]. Когда уравнение модели для вычисления значения величины представляет собой произведение или частное положительных величин, есть веские основания для использования логнормального распределения, как описано в случае 4 [15].

Случай 1а – Известна стандартная неопределенность

В этом случае для относительной стандартной неопределенности менее 20 % размер защитной полосы равен ku , а значение k будет либо указано в правиле принятия решений, либо получено из распределения вероятностей значений, приписываемых измеряемой величине, которое обычно считается нормальным. Обоснование для такого предположения и условия, при которых оно может быть справедливо, даны в Приложении G к GUM [5]. Это предположение основано на использовании *центральной предельной теоремы*, и в разделе G 2.3 указывается, что «... если в суммарной стандартной неопределенности u не преобладает составляющая стандартной неопределенности, полученная в результате оценки по типу А на основе всего нескольких наблюдений, или составляющая стандартной неопределенности, полученная в результате оценки по типу В на основе прямоугольного распределения, первое и разумное приближение при вычислении расширенной неопределенности U , которая дает интервал с уровнем доверия P , состоит в использовании для k значения из нормального распределения».

Во многих случаях текущая практика состоит в использовании $k = 2$. В предположении, что распределение является приблизительно нормальным, это дает приблизительно 95 % уровень доверия в отношении того, что для наблюдаемого значения x значение измеряемой величины находится в интервале $x \pm 2u$. На этом основании вероятность того, что значение измеряемой величины меньше $x + 2u$, составляет примерно 97,7 %. В часто встречающейся задаче подтверждения соответствия верхнему пределу, как это показано на Рисунке 3, принятие $k = 2$ и требование доказательства явного несоответствия эквивалентно установлению защитной полосы $g = 2u$. Если наблюдаемое значение превышает предел более чем на g , то значение измеряемой величины будет действительно выше предела с вероятностью не менее 97,7 %.

Это приведет к меньшему числу неправильных решений о несоответствии требованиям, чем решений, основанных на односторонней проверке значимости при вероятности 95 % (т. е. при $k = 1,64^*$). Если важно реализовать решения, основанные на других уровнях доверия, то можно использовать значение k , полученное из таблиц или статистических программ при соответствующем уровне доверия.

Однако в GUM [5], раздел G 1.2, указывается, что, поскольку значение U в лучшем случае является лишь приближением, обычно нецелесообразно пытаться провести различие между близкими уровнями доверия, скажем, 94 % и 96 %. Кроме того, GUM указывает на то, что получение интервалов с уровнем доверия 99 % или выше особенно затруднительно.

При относительной стандартной неопределенности u более 20 % можно рассмотреть логнормальное распределение [15]. Эта ситуация описана в Случае 4 ниже и в Примере 3 в Приложении В.

Случай 1b – Известна расширенная неопределенность с установленным значением k

Разделите U на заданное значение k (обычно 2) и определите ширину защитной полосы, используя пересмотренное значение k , соответствующее конкретному применению, как в Случае 1a.

Случай 2 – Известны стандартная неопределенность и эффективное число степеней свободы

В этом случае принято полагать, что значения, которые могут быть приписаны измеряемой величине, подчиняются t -распределению с известным числом степеней свободы, и для коэффициента охвата k используют односторонний верхний 95 % квантиль t -распределения. Размер защитной полосы будет ku , и пример соответствия верхнему пределу показан на Рисунке 3.

t -распределение и степени свободы более подробно обсуждаются в GUM, разделы G3 и G4. Альтернативные подходы, позволяющие избежать проблем с использованием эффективного числа степеней свободы, были предложены Вильямсом [18] и Кэкером и Джонсом [19]

Случай 3 – Известны индивидуальные составляющие и их распределения

Этот случай рассматривается в разделе G 1.4 GUM [5]. Он устанавливает, что если распределения вероятностей входных переменных известны, и значение измеряемой величины линейно связано с этими входными величинами, то распределение значений, приписываемых измеряемой величине, может быть найдено путем свертки этих распределений. Это можно сделать используя метод Монте-Карло для распространения индивидуальных распределений, а полученное распределение использовать для вычисления требуемого доверительного интервала. Для рутинного использования метода свертки распределение Монте-Карло [20] следует сравнивать с другими известными распределениями, и во многих случаях можно показать, что логнормальное распределение дает хорошее совпадение. Стоит отметить, что метод Монте-Карло [17] применим к любой модели измерений, связывающей измеряемую величину с набором входных величин.

* Значение k равно 1,64 с двумя значащими цифрами; это значение равно 1,6449 с пятью значащими цифрами.

Случай 4 – Несимметричные распределения

Случай, когда входная величина распределена асимметрично, рассмотрен в разделе G 5.3 GUM [5]. Там указано, что «это не влияет на вычисление u , но может влиять на вычисление U »

В общих чертах, имеются три важные ситуации, когда для принятия решений необходимы асимметричные доверительные интервалы:

- Когда (предполагаемое) распределение измеряемой величины x асимметрично по своей природе (например, распределение Пуассона с низким числом степеней свободы);
- Когда относительная стандартная неопределенность 1) больше 20 % и 2) постоянна;
- Когда измеряемый отклик x имеет физическое ограничение (например, когда значения концентрации близки к нулю);

В ситуациях а и б, когда имеются в распоряжении данные, показывающие, что распределение является асимметричным, можно рассчитать границы доверительного интервала, как в случае 3 выше. Первая ситуация, а, встречается, например, при измерении радиоактивности с небольшим числом регистрируемых событий.

Третья ситуация, с, имеет место при измерениях, близких к пределу обнаружения или определения, или, когда переменная по определению ограничена некоторым интервалом. В этом случае может потребоваться использование усеченного распределения (см. [20], Приложение F).

Во многих аналитических измерениях значения измеряемой величины всегда положительны, а уравнение модели представляет собой произведение или частное положительных величин, поэтому для ситуаций б и с часто уместно использовать логнормальное распределение.

Принимая, что распределение значений, приписываемых измеряемой величине, является логнормальным, приемочные границы можно рассчитать с использованием фактора расширенной неопределенности ${}^F U$ [3, 21]:

$${}^F U = \exp(k s_G) \quad \text{Уравнение 1}$$

где s_G стандартное отклонение в пространстве \log_e (натуральные логарифмы). Для u_{rel} меньше, чем 0,5 (50 %), $s_G \approx u_{\text{rel}}$ [15], и фактор неопределенности можно вычислить как

$${}^F U \approx \exp(k u_{\text{rel}}) \quad \text{Уравнение 2}$$

где коэффициент охвата k представляет собой верхний квантиль стандартного нормального распределения с соответствующим уровнем доверия.

Тогда верхняя приемочная граница при высокой уверенности в правильности браковки:

$$L_u \times {}^F U \quad \text{Уравнение 3}$$

а верхняя приемочная граница при высокой уверенности в правильности приемки:

$$L_u / {}^F U \quad \text{Уравнение 4}$$

Защитная полоса для верхней границы при высокой уверенности в правильности браковки может быть найдена как

$$g = L_u \times {}^F U - L_u \quad \text{Уравнение 5}$$

По сравнению с нормальным распределением размер защитной полосы для верхнего предела применительно к правильной браковке увеличится (см. Рисунок 3а), а применительно к правильной приемке уменьшится (см. Рисунок 3б). Это связано с асимметрией логнормального распределения.

В качестве примера в Таблице 1 представлены защитные полосы, вычисленные для нормального и логнормального распределений с верхним пределом $L = 100$, $k = 1,64$ и значением u_{rel} , равным 0,3 и 0,5 соответственно. Относительные стандартные неопределенности 0,3 и 0,5 отвечают относительным расширенным неопределенностям 60 % и 100 % соответственно.

Таблица 1 – Приемочные границы для верхнего предела при высокой относительной неопределенности в предположении нормального и логнормального распределений

Предполагаемое распределение	Относительная стандартная неопределенность, u_{rel}	Верхний предел	Приемочные границы	
			Правильная приемка	Правильная браковка
Нормальное	0.3	100	51	149
Логнормальное	0.3	100	61	164
Нормальное	0.5	100	18	182
Логнормальное	0.5	100	44	227

Исходя из u_{rel} , приемочные границы для нормального распределения таковы:

$$L(1 + ku_{rel}) \text{ и } L(1 - ku_{rel}),$$

а для логнормального распределения таковы:

$$L(\exp(ku_{rel})) \text{ и } L(\exp(-ku_{rel})).$$

Эти выражения для логнормального распределения можно разложить, используя обычное разложение для $\exp(x)$, следующим образом:

$$L\left(1 + ku_{rel} + \frac{(ku_{rel})^2}{2} + \dots\right) \text{ и } L\left(1 - ku_{rel} + \frac{(-ku_{rel})^2}{2} + \dots\right),$$

где «...» обозначает члены более высокого порядка. Когда члены выше чем ku_{rel} являются значимыми, следует рассмотреть возможность использования логнормального распределения [15]. При $u_{rel} = 20\%$ и $k = 1,64$ увеличение коэффициента для вычисления приемочной границы по сравнению с $(1 + ku_{rel})$ при правильной браковке составит около 5 %.

Пример использования логнормального распределения дан в Приложении В, Пример 3.

Приложение В – Примеры

Пример 1 - Реализация правила принятия решений для Случая 1b в Приложении А

Случай 1b в Приложении А относится к ситуации, когда известна расширенная неопределенность вместе с установленным значением k . Массовая доля никеля для некоторой разновидности нержавеющей стали должна находиться в диапазоне от 16,0 % до 18,0 %.

Измеряемая величина	Массовая доля никеля, Ni, в партии стали, поставляемой потребителю.
Неопределенность	Абсолютная расширенная неопределенность U равна 0,2 % Ni, $k = 2$ (95 %). Стандартная неопределенность $u = 0,1$ % Ni. Эта неопределенность включает неопределенность отбора проб от партии и неопределенность анализа.
Спецификация	Поле допуска: от нижней границы 16,0 % Ni до верхней границы 18,0 % Ni.
Правило принятия решений: <i>Высокая уверенность в правильности приемки</i>	<i>Зона приемки представляет собой интервал массовой доли, в котором на доверительном уровне не менее 95 % ($\alpha=0,05$) можно принять решение, что партия имеет массовую долю никеля выше нижнего предела и ниже верхнего предела.</i>
Распределение	Распределение значений измеряемой величины предполагается нормальным.
Защитная полоса	Каждая защитная полоса вычисляется как $1,64u \approx 0.17$ % со значением k , равным 1,64, исходя из одностороннего верхнего 95 % квантиля нормального распределения.
Зона приемки	От 16,2 % Ni to 17,8 % Ni, после округления до одного десятичного знака.
Измеренное значение	16,1 % Ni

Рисунок 4 показывает расположение зон приемки и браковки для спецификации с верхним и нижним пределами при высокой уверенности в правильности приемки. Измеренное значение 16,1 % Ni меньше нижней приемочной границы, равной 16,2 %, т.е. оно находится в зоне браковки. **Партия не соответствует требованиям.**

ПРИМЕЧАНИЕ

Если бы правилом принятия решений была установлена простая приемка, зона приемки была бы от 16,0 % до 18,0 %, и партия считалась бы соответствующей требованиям.

Пример 2 - Реализация правила принятия решений для Случая 2 в Приложении А

Случай 2 в Приложении А относится к ситуации, когда известны стандартная неопределенность u и эффективное число степеней свободы. Концентрация некоторого анализита в производственной партии не должна превышать 200 нг/г.

Измеряемая величина	Массовая доля анализита в производственной партии, поставляемой заказчику.
Неопределенность	Абсолютная стандартная неопределенность $u = 2,2$ нг/г. Эта неопределенность включает составляющие, вызванные пробоотбором. Доминирующий вклад в неопределенность дает составляющая, основанная на 9 измерениях, т.е. 8 степенях свободы, и можно полагать, что значения, приписываемые измеряемой величине, следуют t -распределению.
Спецификация	Верхний допускаемый предел L_u составляет 200 нг/г.
Правило принятия решений <i>Высокая уверенность в правильности браковки</i>	<i>Партия считается несоответствующей требованиям, если вероятность того, что значение массовой доли больше, чем 200 нг/г, превышает 95 %.</i>
Распределение	Распределение значений измеряемой величины предполагается нормальным.
Защитная полоса	Защитная полоса вычисляется с использованием значения k 1,86 исходя из одностороннего верхнего 95 % квантиля t -распределения с 8 степенями свободы: $ku = 1,86 \times 2,2 = 4,1$ нг/г.
Приемочная граница	204,1 нг/г
Измеренное значение	203,7 нг/г

Рисунок 3а показывает расположение зон приемки и браковки для спецификации с верхним пределом при высокой уверенности в правильности браковки. Измеренное значение 203,7 нг/г меньше приемочной границы 204,1 нг/г, т.е. оно находится в зоне приемки. **Партия соответствует требованиям.**

ПРИМЕЧАНИЕ

Если бы правилом принятия решений была установлена простая приемка, приемочная граница была бы равна допускаемому пределу 200 нг/г, и партия считалась бы несоответствующей требованиям.

Пример 3 - Реализация правила принятия решений для Случая 4 в Приложении А

Случай 4 в Приложении А относится к использованию несимметричных распределений. В данном примере асимметрия вызвана высокой относительной неопределенностью при аналитическом контроле некоторого запрещенного вещества и тем обстоятельством, что распределение этой неопределенности является приблизительно логнормальным.

Измеряемая величина	Массовая доля запрещенного вещества в пробе.
Неопределенность	Относительная стандартная неопределенность $u_{rel} = 35\%$.
Спецификация	Верхний допускаемый предел L_u составляет 2 нг/г.
Правило принятия решений <i>Высокая уверенность в правильности браковки</i>	<i>Считается, что концентрация запрещенного вещества превышает предел, если вероятность того, что значение концентрации выше предела, $\geq 95\%$.</i>
Распределение	Распределение значений измеряемой величины предполагается логнормальным.
Защитная полоса	Защитная полоса для логнормального распределения вычисляется с использованием фактора неопределенности FU из Уравнения 2, $^{FU} \approx \exp(ku_{rel})$; k равно 1,64 исходя из одностороннего верхнего 95 % квантиля нормального распределения, а $u_{rel} = 0,35$, что дает $^{FU} \approx \exp(1,64u_{rel}) = 1,78$. Защитная полоса g для <i>уверенной браковки</i> вычисляется как $g = L_u \times ^{FU} - L_u = 1,6$ нг/г.
Приемочная граница	3,6 нг/г
Измеренное значение	3,3 нг/г

Рисунок 3а показывает расположение зон приемки и браковки для требования по верхнему пределу при высокой уверенности в правильности браковки. Измеренное значение 3,3 нг/г меньше приемочной границы, равной 3,6 нг/г, т.е. оно находится в зоне приемки. **Проба соответствует требованиям.**

ПРИМЕЧАНИЕ

Предположение о типе распределения является критическим. Если бы в данном случае предполагалось нормальное распределение, приемочная граница была бы ниже, 3,2 нг/г, и тогда проба не соответствовала бы требованиям, $L + g = (1 + ku) = 2(1 + 1,64 \times 0,35) = 3,2$. На Рисунке 5 приведено сравнение нормального и логнормального распределений вероятности.

Нормальное и логнормальное распределения

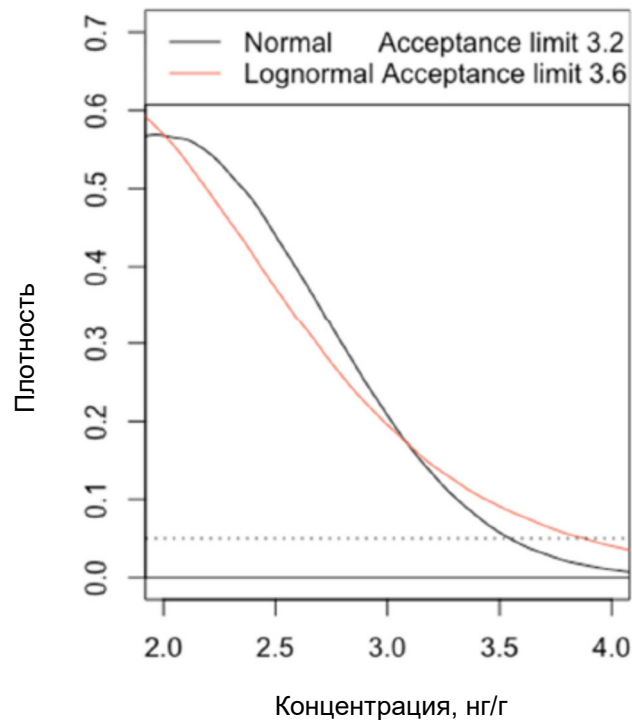


Рисунок 5 — Правая часть распределения вероятностей для предельного значения 2 нг/г и относительной стандартной неопределенности 35 % для нормального и логнормального распределений. Рисунок показывает различие в верхних хвостах этих распределений, приводящее к разным приемочным границам (3,2 и 3,6 нг/г).

Горизонтальная линия с плотностью 0,05 служит для визуального сравнения.

Приложение С – Риски поставщика и потребителя

Введение

Основная часть настоящего руководства посвящена использованию правил принятия решений на основании результата измерений и связанной с ним расширенной неопределенности. Некоторые руководства, например, IAS G8 [6], включают рекомендации по установлению правил принятия решений, предназначенных для контроля риска поставщика и/или риска потребителя. В этом Приложении дается краткое объяснение рисков поставщика и потребителя, а также «конкретного» и «глобального» рисков.

Риски поставщика и потребителя

Риск поставщика и риск потребителя – понятия, вытекающие из управления производственным процессом, хотя они вполне применимы во многих ситуациях при оценке соответствия и используются, например, при «приемочном отборе» продукции. В производственной среде «риск поставщика» это всего лишь вероятность ошибочной браковки приемлемой продукции – он называется так потому, что ведет к ненужным затратам для производителя. Точно так же «риск потребителя» это вероятность неправильной приемки продукции, несоответствующей требованиям, т.е. вероятность того, что потребитель может получить бракованный товар, который прошел проверку.

Эти представления иллюстрируются на Рисунке 6. Верхняя кривая – «распределение процесса» – представляет собой распределение значений, связанных с объектами, произведенными в рамках производственного процесса. Эти значения относятся к некоторым важным измеряемым характеристикам, например, дозировке лекарства в фармацевтическом препарате, весу упакованного пищевого продукта или концентрации алкоголя в напитке. L_1 и L_u – допускаемый нижний и верхний пределы такой характеристики; для простоты на рисунке предполагается, что они установлены также в качестве приемочных границ для оценки соответствия, то есть защитная полоса отсутствует. Объект, расположенный между L_1 и L_u , соответствует требованиям; объект, расположенный вне этих границ, не соответствует требованиям. Значение, обозначенное на рисунке как А, означает несоответствие требованиям. Распределение, связанное со значением А, представляет собой распределение результатов измерений, которые можно было бы наблюдать при испытании объектов с этим значением характеристики. Часть этих результатов (затемнена) попадает в приемочные границы; эта доля показывает уровень ложной приемки объекта при значении А. Это пример риска потребителя – вероятность приемки продукции, которая не соответствует требованиям.

Значение, обозначенное как В на Рисунке 6, иллюстрирует риск поставщика. Значение В находится внутри приемочных границ, но существует некоторая вероятность (затемненная часть распределения результатов при значениях В) того, что результат окажется вне приемочных границ. Эта доля представляет собой риск поставщика.

ПРИМЕЧАНИЕ

Приведенное выше описание основано на традиционной модели рисков поставщика и потребителя, предполагающей процесс, на выходе которого имеются объекты с истинными значениями, такими как А и В, и последующее распределение погрешностей измерений, что приводит к распределению результатов, используемых для принятия решений. Это теоретическая модель. Более современные трактовки включают измеренные значения, неопределенности и ограниченную информацию о процессе и рассматривают выводы и вероятности, которые можно отсюда получить. Эта более поздняя точка зрения кратко изложена ниже.

Конкретные и глобальные риски

Доля результатов измерений, будто бы указывающих на соответствие требованиям, показанная на Рисунке 6 как затемненная область результатов, связанных со значением А, характерна для объектов с этим значением характеристики. Это пример «конкретного риска» – вероятность неправильного решения о соответствии, принимаемого для объекта при конкретном значении характеристики. В случае значения А это конкретный риск потребителя для значения А. Точно так же риск поставщика, показанный затемненной частью распределения для значения В, является конкретным риском поставщика для значения В.

Важной особенностью конкретного риска является то, что он зависит почти исключительно от распределения результатов измерений при данном истинном значении характеристики. С точки зрения испытательной лаборатории, получившей результат измерения, оценка конкретного риска зависит от измеренного значения и неопределенности измерений. Для любого данного значения характеристики объекта испытаний конкретный риск тем меньше, чем меньше неопределенность измерений.

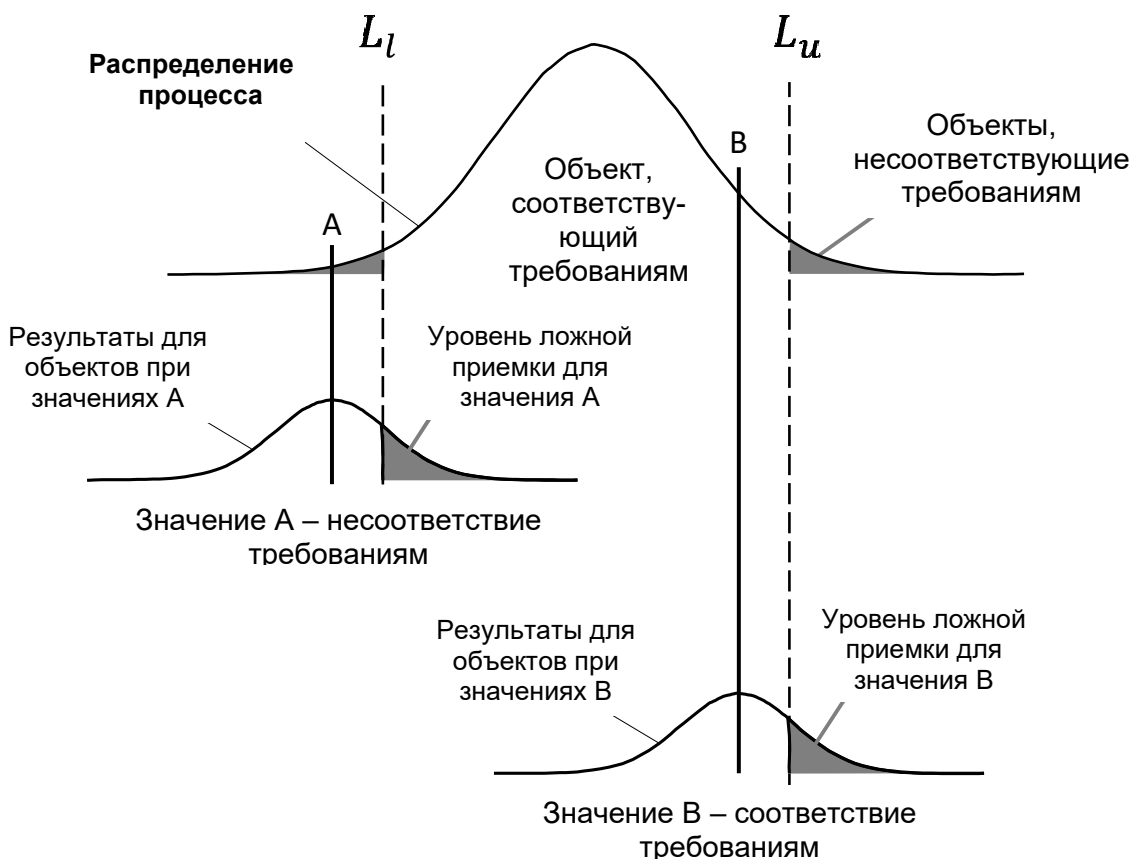


Рисунок 6 – Риск поставщика и риск потребителя. Рисунок показывает распределение значений измеряемой величины (вверху), связанное с производственным или иным процессом, с допускаемой областью между пределами L_l и L_u , вместе с распределениями измеренных значений, обозначенных А и В. Подробности см. в тексте.

Конкретный риск, однако, не описывает общую вероятность неправильных решений каждого вида, потому что объекты испытаний с разными значениями характеристики имеют каждый свой конкретный риск. Следовательно, существует вторая важная вероятность, называемая «глобальным риском». Глобальный риск – это вероятность неверных решений, принимаемых по всему распределению объектов. В случае риска потребителя глобальный риск потребителя представляет собой совокупную вероятность неправильных решений о приемке – сочетание конкретных рисков для всех возможных значений характеристики, взвешенных по частоте их появления, для объектов, несоответствующих требованиям. Точно так же глобальный риск поставщика возникает из совокупности всех конкретных рисков поставщика при всех различных значениях между L_l и L_u .

Примечание: Глобальный риск вычисляется как сумма всех конкретных рисков при каждом возможном значении, умноженных на вероятность их появления. Для непрерывного распределения, подобного показанному на Рисунке 6, вероятность появления заменяется высотой кривой, описывающей распределение процесса (плотность), и суммирование превращается в интегрирование – как по распределению процесса, так и по распределению измерений. Математические подробности приведены, например, в JCGM 106 [9].

Важное различие между конкретным и глобальным рисками состоит в том, что глобальный риск во многом зависит от распределения процесса, а конкретный риск нет. Например, для гипотетического технологического процесса, который производит только объекты, соответствующие требованиям, глобальный риск потребителя может быть только нулевым, поскольку вероятность того, что результатом проверки будет пропуск объекта, несоответствующего требованиям, отсутствует. Аналогичным образом, для очень плохого процесса, с высокой вероятностью получения продукта, несоответствующего требованиям, глобальный риск потребителя будет сравнительно высоким.

Однако для испытательной лаборатории распределение значений, выдаваемых процессом, часто неизвестно. Именно по этой причине испытательной лаборатории проще полагаться на конкретный риск, а не на глобальный риск. Кроме того, если конкретные риски остаются небольшими, особенно вследствие малых значений неопределенности, глобальные риски также будут оставаться небольшими. Соответственно, ИЛАС G8 [6] рекомендует, чтобы там, где нет других оснований, правило принятия решений должно быть установлено таким образом, чтобы конкретный риск потребителя оставался низким.

Конкретный риск для результата измерений

Выше отмечалось, что общее описание, представленное на Рисунке 6, основано на теоретических распределениях значений, возникающих как результат производственного процесса и как результат измерений. Первые представляют собой «истинные значения» для объектов на выходе процесса; вторые дают распределение наблюдаемых значений исходя из (истинных) значений для объектов испытаний. На практике измерительная лаборатория имеет только результаты измерений с неопределенностями и лишь иногда может иметь информацию о значениях, ожидаемых на выходе природного или промышленного процесса. Таким образом, измерительная лаборатория может оценить конкретные и глобальные риски только на основе имеющейся у нее информации.

Когда информация о производственном процессе недостаточна или когда неопределенность мала по сравнению с шириной распределения процесса, конкретный риск можно адекватно оценить исходя из неопределенности измерений и связанного с ней распределения. Соответствующий риск – это просто доля распределения неопределенности за пределами допустимого значения. Это идентично изображению затемненных областей для значений A и B на Рисунке 6.

Однако при наличии существенной информации о распределении процесса конкретный риск для определенного объекта испытаний можно рассчитать на основе этой информации с учетом априорной вероятности того, что испытуемый объект соответствует требованиям. Это может изменить, иногда существенно, предполагаемые конкретные риски. Полная трактовка этого вопроса выходит за рамки настоящего руководства, но все подробности приведены в JCGM 106 [9].

Приложение D – Определения

Следующие определения основаны на определениях в ASME B89.7.3.1-2001 [7], VIM [4], GUM [5], ILAC G8 [6] и ISO/IEC 17025 [8].

измеряемая величина (measurand): конкретная величина, подлежащая измерению

расширенная неопределенность (expanded uncertainty): величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в пределах которого, как можно ожидать, содержится большая часть распределения значений, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине

результат измерения (measurement result): набор значений величины, приписываемых измеряемой величине вместе с любой другой доступной и существенной информацией
ПРИМЕЧАНИЕ: Результат измерения обычно выражается измеренным значением и интервалом неопределенности.

правило принятия решений (decision rule): правило, которое описывает, как учитывается неопределенность измерений при принятии решения о соответствии установленному требованию

граница поля допуска, предел спецификации (specification limit, tolerance limit): заданная верхняя или нижняя граница допустимых значений свойства

поле допуска (specification zone, tolerance zone): интервал допустимых значений свойства

приемочная граница (acceptance limit): заданная верхняя или нижняя граница допустимых измеренных значений величины

простая приемка (simple acceptance): правило принятия решений, в котором приемочная граница совпадает с границей поля допуска

зона приемки (acceptance zone, acceptance interval): набор значений характеристики для данного измерительного процесса и правило принятия решений, которые приводят к приемке продукта, когда результат измерения находится в пределах этой зоны

зона браковки (rejection zone, rejection interval): набор значений характеристики для данного измерительного процесса и правило принятия решений, которые приводят к браковке продукта, когда результат измерения находится в пределах этой зоны

защитная полоса (guard band): интервал между границей поля допуска и соответствующей приемочной границей

NOTE: This page is intentionally empty.

Библиография

Для получения обновлений цитируемых руководств и за дополнительной литературой обращайтесь к списку литературы на веб-сайте ЕВРАХИМ www.eurachem.org.

1. I. Kuselman, F. Pennechi, R. Bettencourt da Silva, D.B. Hibbert. IUPAC/CITAC Guide: Evaluation of risks of false decisions in conformity assessment of a multicomponent material or object due to measurement uncertainty, (IUPAC Technical Report), Pure Appl. Chem., (2020). doi.org/10.1515/pac-2019-0906.
2. F. Pennechi, M. G. Cox, P. Harris, A. M. H. van der Veen, S. L. R. Ellison, Euramet project EMUE-D2-1-Multicomponent Materials (2020). www.euramet.org.
3. M. H. Ramsey and S. L. R. Ellison (eds.) Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches (2nd ed. 2019). ISBN 978-0-948926-35-8. www.eurachem.org.
4. JCGM 200:2012, International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). www.bipm.org.
5. JCGM 100:2008, Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM). www.bipm.org.
6. ILAC G8:2019, Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity. www.ilac.org.
7. ASME B89.7.3.1-2001, Guidelines for decision rules: considering measurement uncertainty in determining conformance with specifications. (asme.org).
8. ISO/IEC 17025:2017, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, ISO, Geneva, (2017).
9. JCGM 106:2012, Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment. www.bipm.org.
10. Á. Silva Ribeiro and M. Golze, EUROLAB Technical Report 1/2017: Decision rules applied to conformity assessment. www.eurolab.org.
11. WADA Technical Document – TD2019DL, Decision limits for the confirmatory quantification of threshold substances (2019). www.wada-ama.org.
12. ISO 10576:2003 Statistical methods — Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements — Part 1: General principles, ISO, Geneva, (2003).
13. Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (2002/657/EC).
14. R. Bettencourt da Silva and A. Williams (eds), Eurachem/CITAC Guide: Setting and using target uncertainty in chemical measurement, (1st ed. 2015). www.eurachem.org.
15. A. Williams, Calculations of the expanded uncertainty for large uncertainties using the lognormal distribution, Accred. Qual. Assur., **25**, 335–338 (2020).
16. A. M. H. van der Veen and G. Nieuwenkamp, Revision of ISO 19229 to support the certification of calibration gases for purity, Accred. Qual. Assur., **24**, 375–380 (2019).

17. JCGM 101:2008, Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” — Propagation of distributions using a Monte Carlo method. www.bipm.org.
18. A. Williams, An alternative to the effective number of degrees of freedom, Comparability and Reliability in Chemical Measurement, Accred. Qual. Assur., **4**, 14–17 (1999).
19. R. Kacker and A. Jones, On use of Bayesian statistics to make the guide to the expression of uncertainty in measurement consistent, Metrologia, **40**, 235–248 (2003).
20. S. L. R. Ellison and A. Williams (eds), Eurachem/CITAC Guide: Quantifying uncertainty in analytical measurement, (3rd ed. 2012), ISBN 0 948926 15 5. www.eurachem.org.
21. M. H. Ramsey S. L. R. Ellison S.L.R Uncertainty Factor: an alternative way to express measurement uncertainty in chemical measurement. Accred. Qual. Assur., **20**, 153–155 (2015).

Copyright © 2021

ISBN 978-0-948926-38-9