



ВНИИМ

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

Семинар-совещание главных метрологов и ведущих специалистов в Тюменской и Курганской областях, ХМАО-Югре и ЯНАО
11-13 февраля 2026 года

Докладчик: Павел Мигаль,
к.т.н., зам. директора филиала по науке

Сравнение методов обработки результатов межлабораторной аттестации СО



PCT

Терминология

- РМГ 29-2013 :
 - 8.19 **стандартный образец СО**: Материал, достаточно однородный и стабильный в отношении определенных свойств для того, чтобы использовать его при измерении или при оценивании качественных свойств в соответствии с предполагаемым назначением.
 - 8.20 **...сертифицированный стандартный образец ССО**: СО с сопроводительной документацией, выданной авторитетным органом, в которой указано одно или более значений определенного свойства с соответствующими показателями точности (**неопределенностями**) измерений и **прослеживаемостью**, которые установлены с использованием обоснованных процедур.
 - 9.2 **метрологическая прослеживаемость**: Свойство результата измерения, в соответствии с которым результат может быть соотнесен с основой для сравнения через документированную непрерывную цепь **калибровок**, каждая из которых вносит вклад в **неопределенность** измерений.
 - В этом определении "основой для сравнения" может быть **определение единицы** измерения через ее практическую реализацию или **методика измерений**, или **эталон**.
 - Метрологическая прослеживаемость требует наличия установленной калибровочной иерархии и/или поверочной схемы.
 - Для подтверждения метрологической прослеживаемости ILAC рассматривает следующие элементы: непрерывная **цепь** метрологической **прослеживаемости** к международным **эталонам** или национальным эталонам, документированная **неопределенность** измерений, документированная **методика** измерений, **аккредитация** на техническую компетентность, метрологическая прослеживаемость к СИ и интервалы между калибровками.
 - 9.13 **цепь метрологической прослеживаемости**: Последовательность эталонов и калибровок (поверок), которые используются для соотнесения результата измерения с основой для сравнения.

Понятийный аппарат

- В сфере ГСИ ФЗ 102:
 - 22) **стандартный образец** - образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала).
 - 27) **утверждение типа стандартных образцов** или типа средств измерений - документально оформленное в установленном порядке решение о признании соответствия типа стандартных образцов или типа средств измерений метрологическим и техническим требованиям (характеристикам) на основании результатов испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа.
 - 18) **прослеживаемость** - свойство эталона единицы величины, средства измерений или результата измерений, заключающееся в **документально** подтвержденном установлении их **связи** с государственным первичным **эталон**ом единицы величины или национальным эталоном единицы величины иностранного государства посредством сличений эталонов единиц величин, передачи единиц величин эталонам единиц величин, поверки, калибровки средств измерений, аттестации методик (методов) измерений.

Прослеживаемость ССО

- **ISO/TR 16476:2016** Reference materials — Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials
 - Приняты четыре основных подхода к характеристике стандартных образцов:
 - а) измерение отдельным (первичным) методом в отдельной лаборатории;
 - b) измерение двумя или более независимыми стандартными методами в одной лаборатории;
 - **с) измерение сетью лабораторий, использующих один или несколько методов с демонстрируемой точностью;**
 - **d) подход с конкретным методом, дающий только оценку значений свойств данным методом, с участием сети лабораторий.**
 - Пути прослеживаемости:
 - 1) (прямая) прослеживаемость к единице измерительной шкалы,
 - 2) прослеживаемость к единице измерительной шкалы через и при наличии метода или процедуры измерения,
 - 3) прослеживаемость к протоколу.

Подход	Путь		
	1	2	3
a	+	-	+
b	+	+	-
c	-	+	-
d	-	+	+

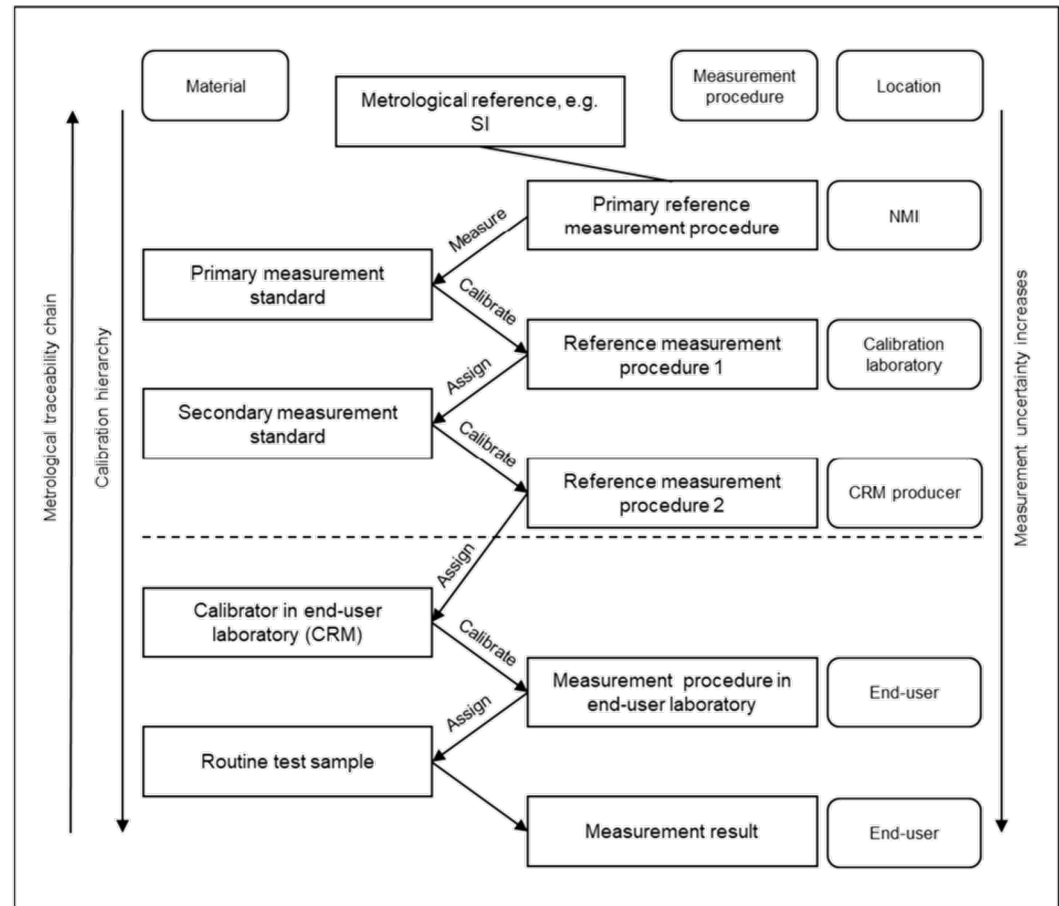


Пример общей цепочки прослеживаемости

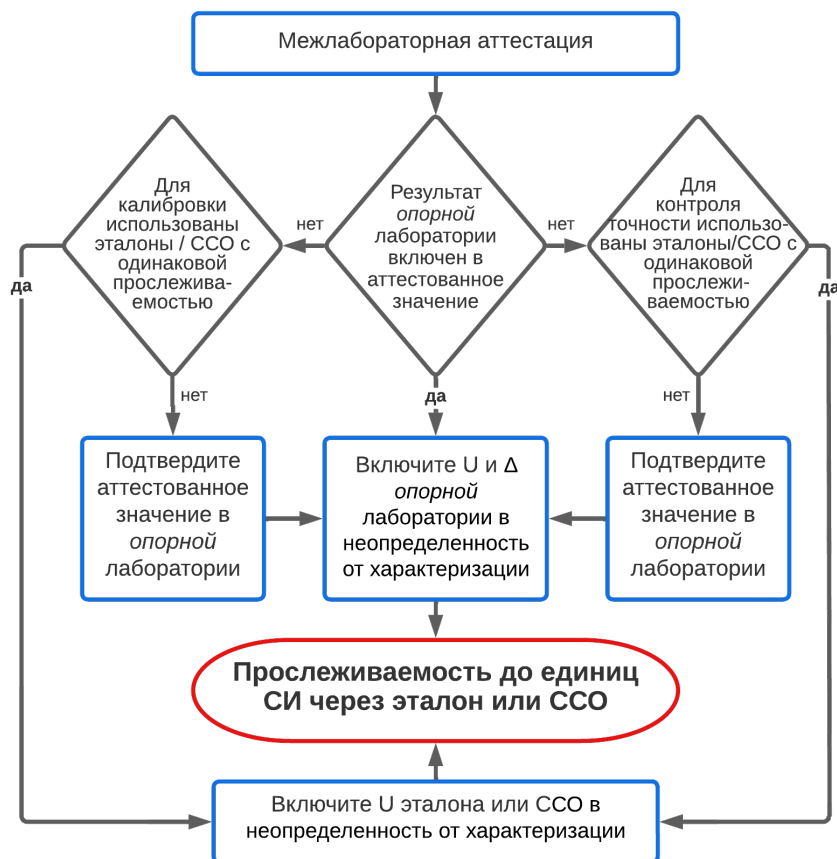
Eurachem Guide: Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3

Цепочка прослеживаемости связывает результат измерения для рутинного образца с основой для сравнения (здесь это единицы SI) через последовательность калибровок (стрелки). Неопределенности, присутствующие во всех процедурах и калибраторах, распространяются на конечный результат. Стрелки слева иллюстрируют направление цепочки прослеживаемости (вверх) и направление иерархии калибровки (вниз). Стрелка справа указывает на возрастающую неопределенность измерения от метрологического эталона к результату измерения.

V. J. Barwick (Ed.), Eurachem Guide: Terminology in Analytical Measurement – Introduction to VIM 3 (2nd ed. 2023). ISBN 978-0-948926-40-2. Available from www.eurachem.org.



Измерение сетью лабораторий, использующих один или несколько методов с демонстрируемой точностью



Межлабораторная аттестация

а. Если участники МЛЭ применяют одни методы измерений и при реализации процедур измерений (калибровка или контроль точности) используют те же или аналогичные эталоны или ССО с прослеживаемостью к тем же единицам СИ, прослеживаемость устанавливается через применяемые эталоны или ССО при условии что неопределенность применяемого эталона или ССО включается в неопределенность характеристики.

б. В случаях когда **не** соблюдается начальное условие по а. необходимо привлечь **опорную** лабораторию для установления прослеживаемости. **Опорная** лаборатория должна быть способна продемонстрировать прослеживаемость и полный бюджет неопределенности. **Опорной** может быть лаборатория, которая применяет эталон или ССО либо первичную референтную или референтную методику измерений либо реализует аттестованную методику специально разработанную для испытаний СО. Обычно это лаборатория в НМИ или производителя СО. Прослеживаемость в этой ситуации устанавливается к единицам СИ через опорную лабораторию путем включения в неопределенность характеристики СО неопределенности **опорной** лаборатории.

Проблематика

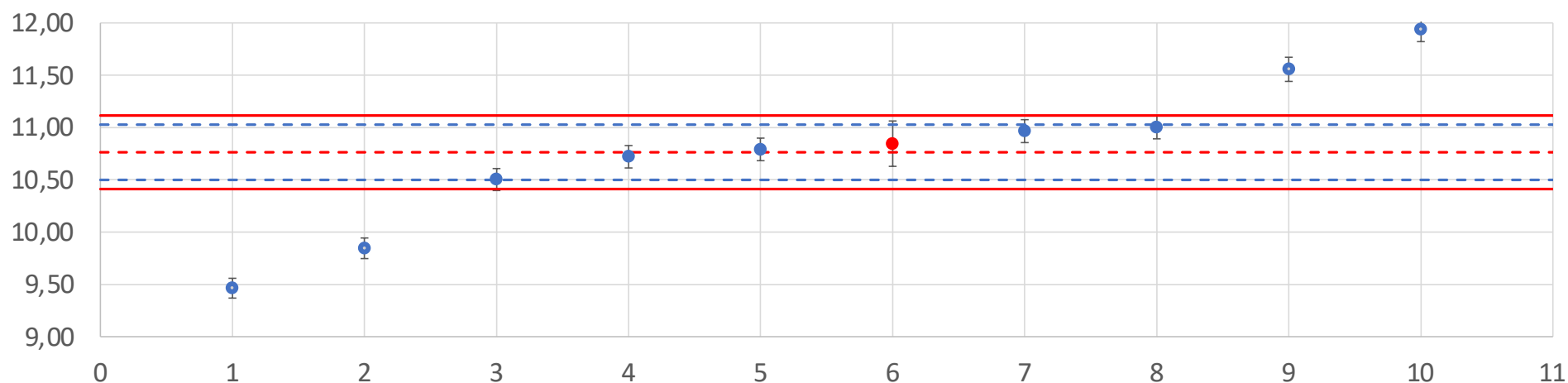
- Априори предполагается, что результаты представляют собой выборку из нормальной генеральной совокупности, возможно засорённую выбросами
- Сведения о точности результатов, представляемых лабораториями, не всегда корректно используются или не используются совсем, что приводит к тому, что стандартная неопределённость аттестованного значения оказывается значительно меньше неопределённости отдельного результата любого участника;
- В МЛЭ допускаются различные методы определения аттестованного значения, при реализации которых лаборатории используют различные основы для сравнения (чаще всего – СО), в итоге не представляется возможным установить до какой основы сравнения обеспечена прослеживаемость аттестованного значения СО
- В связи с многообразием подходов к определению аттестованного (сертифицированного) значения СО и его неопределённости возникает проблема обоснованного выбора алгоритма обработки данных МЛЭ

Теоретическая часть

Данные МЛЭ представляют собой набор пар

$$\{x_i; u_i\}, i=1, N$$

где x_i – результат измерений i -й лаборатории;
 u_i – его стандартная неопределённость;
 N – число лабораторий – участников МЛЭ.



Рассматриваемые методы обработки МЛЭ

1. Среднее арифметическое
2. Выборочная медиана
3. Взвешенное среднее
4. Оценка Р.С.Пауля и Д.Манделя (R.C.Paule and J.Mandel)
5. Оценка Р.ДерСимониан и Н.Лэирд (R.DerSimonian and N.Laird)
6. Робастная оценка П.Д.Хубера (P.J.Huber)
7. Робастная оценка с итеративной шкалой по ГОСТ 50779.60 (алгоритм А)
8. Робастная оценка по ГОСТ 8.532-2002 (Бивес-оценка, предложенная Джоном Уайлдером Тьюки)
9. Оценка Мориса Кокса (M.Cox)
- 10.-12. Оценки П.М.Аронова

Экспериментальная часть

Для сравнения работы алгоритмов был применен метод Монте-Карло. Данные моделировались следующим образом:

$$x_{i/n} = x + \Delta\xi + \xi_i, \quad i=1, \dots, n, \quad x_{i/N} = x + \xi_i, \quad i=1, \dots, N$$

где x – истинное значение измеряемой величины;

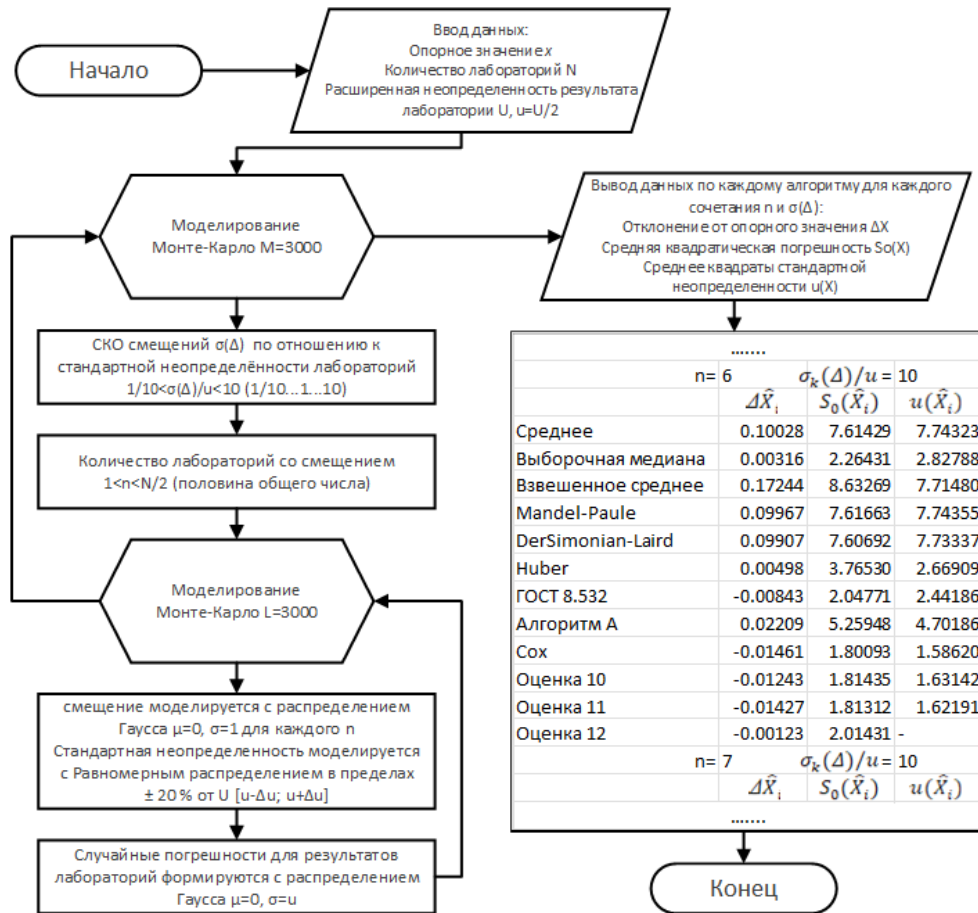
Δ_i – скрытый сдвиг (систематическая погрешность) результата i -й лаборатории;

ξ_i – случайная погрешность результата i -й лаборатории;

N – число лабораторий – участников МЛЭ;

n – число лабораторий, имеющих скрытые сдвиги результатов.

Экспериментальная часть



Входные данные:

- истинное значение измеряемой величины $x=100$
- средняя стандартная неопределенность результатов $u=5$
- разброс стандартных неопределённости лабораторий $\Delta u=2$
- число лабораторий $N=16$
- смещения взяты из распределения Гаусса $L=M=3000$

Выходные данные:

- Погрешность (смещение)

$$\Delta \hat{X}_{ij} = \frac{1}{LM} \sum_{l=1}^L \sum_{j=1}^M (x_{ij} - x)$$

- Среднеквадратическая погрешность

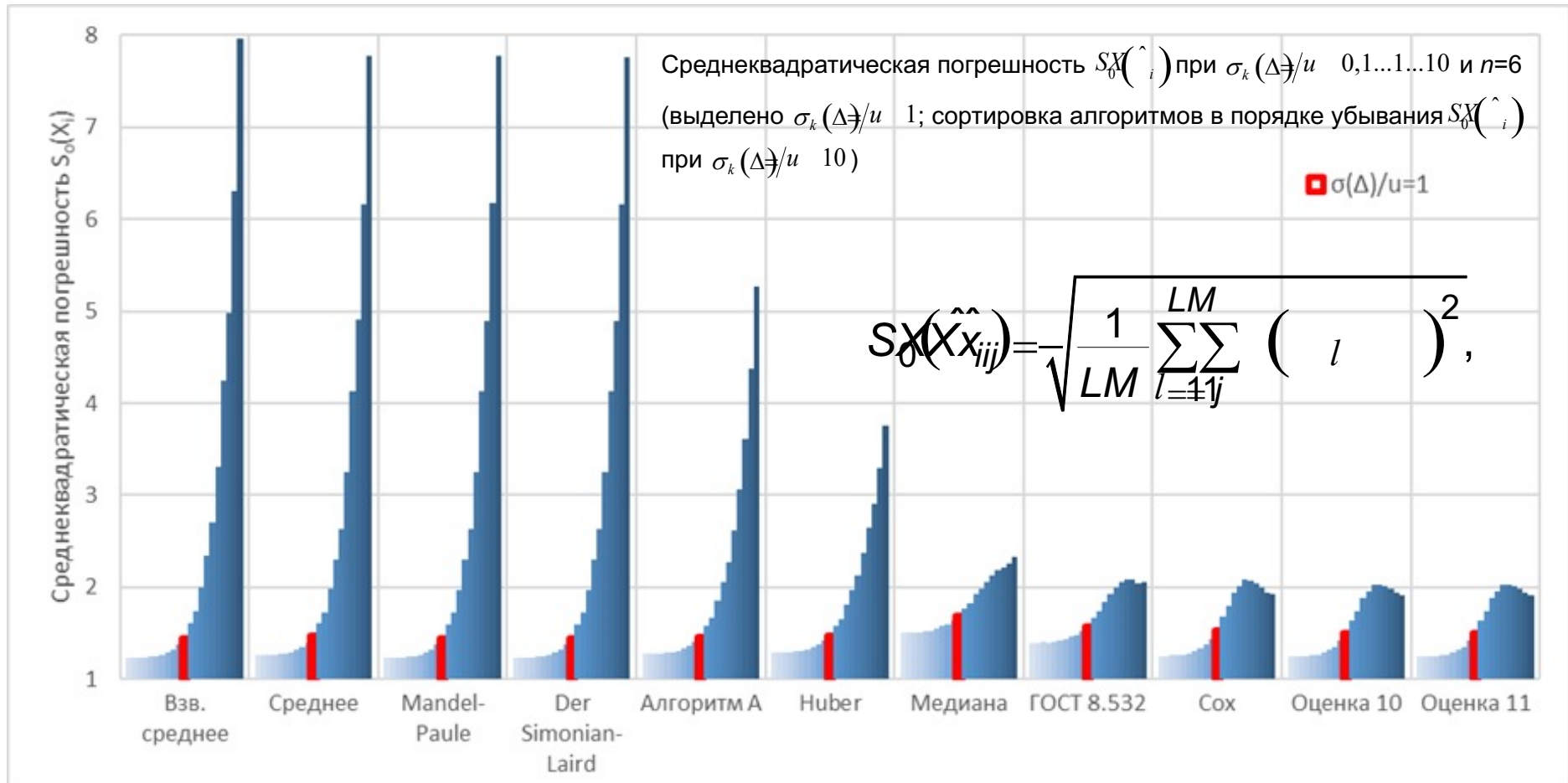
$$S_{\Delta}(\hat{X}_{ij}) = \sqrt{\frac{1}{LM} \sum_{l=1}^L \sum_{j=1}^M (\Delta \hat{X}_{ij})^2}$$

- Среднее по квадратам значение неопределенности

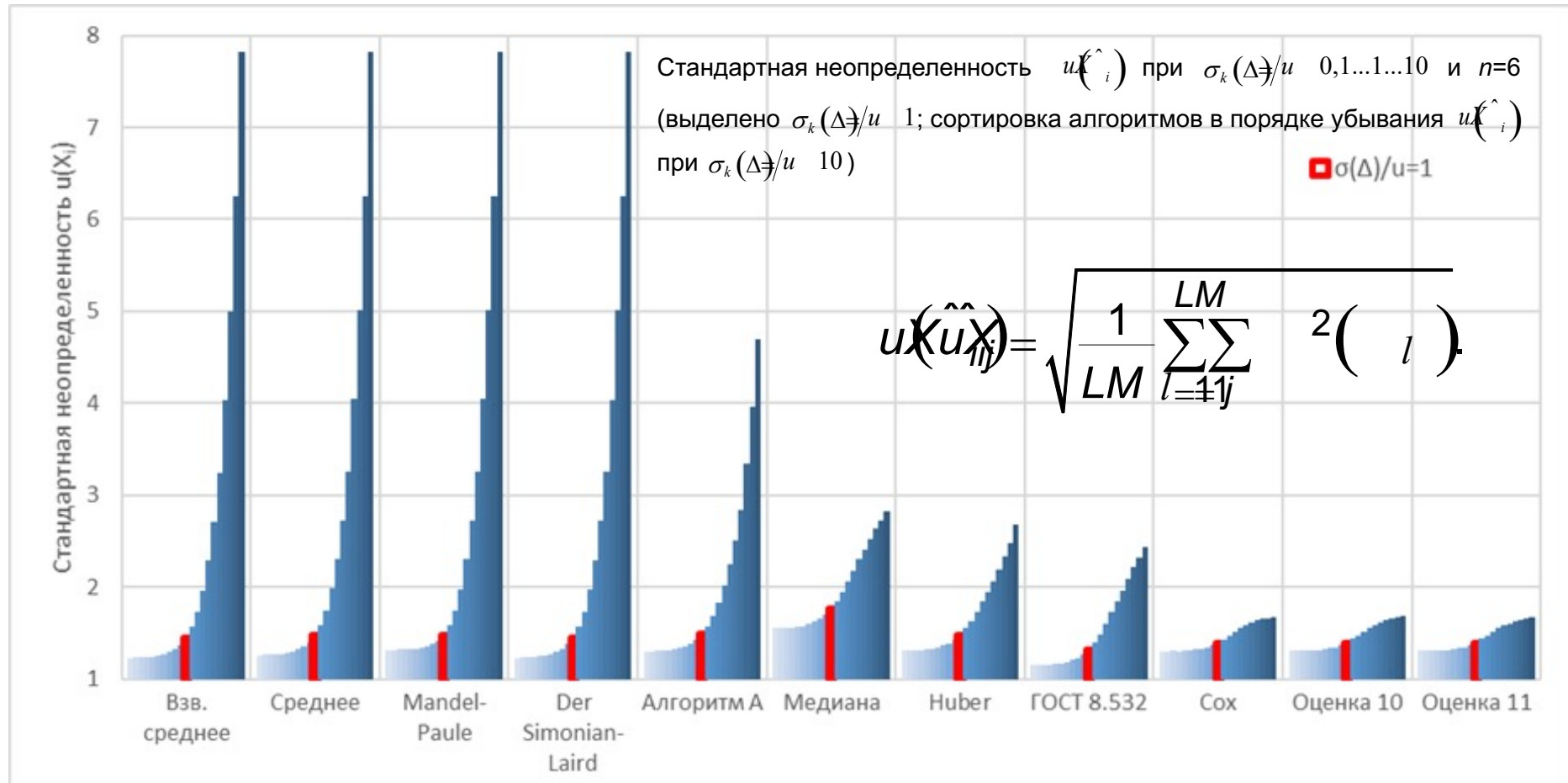
$$u(\hat{X}_{ij}) = \sqrt{\frac{1}{LM} \sum_{l=1}^L \sum_{j=1}^M u^2(x_{ij})}$$

	n=6 $\sigma_k(\Delta)/u = 10$		
	$\Delta \hat{X}_i$	$S_{\Delta}(\hat{X}_i)$	$u(\hat{X}_i)$
Среднее	0.10028	7.61429	7.74323
Выборочная медиана	0.00316	2.26431	2.82788
Взвешенное среднее	0.17244	8.63269	7.71480
Mandel-Paule	0.09967	7.61663	7.74355
DerSimonian-Laird	0.09907	7.60692	7.73337
Huber	0.00498	3.76530	2.66909
ГОСТ 8.532	-0.00843	2.04771	2.44186
Алгоритм А	0.02209	5.25948	4.70186
Сох	-0.01461	1.80093	1.58620
Оценка 10	-0.01243	1.81435	1.63142
Оценка 11	-0.01427	1.81312	1.62191
Оценка 12	-0.00123	2.01431	-
	n=7 $\sigma_k(\Delta)/u = 10$		
	$\Delta \hat{X}_i$	$S_{\Delta}(\hat{X}_i)$	$u(\hat{X}_i)$

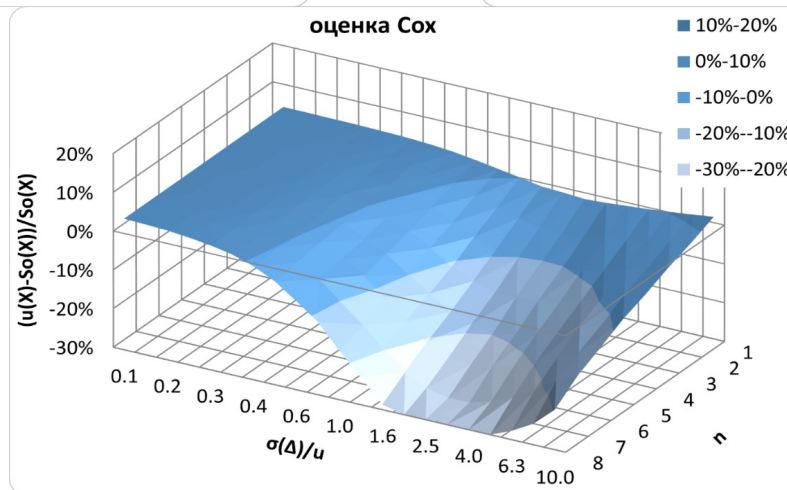
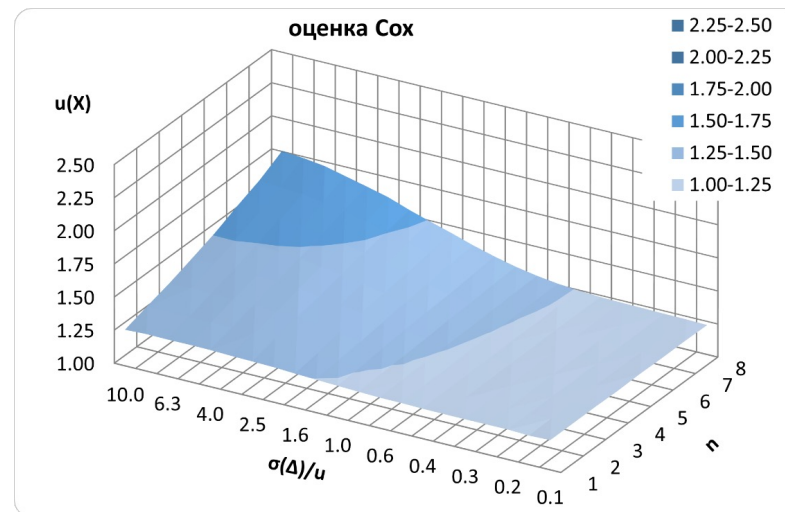
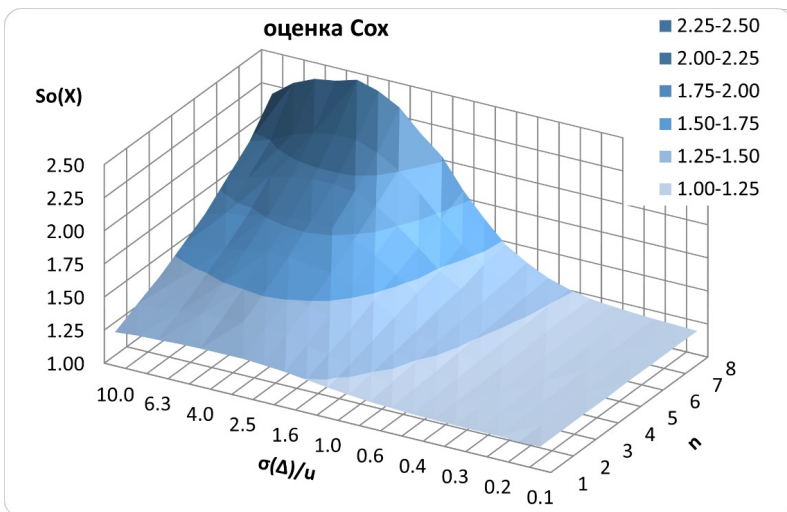
Результаты



Результаты



Алгоритм Мориса Кокса



Выводы

1. Самые **высокие значения стандартной неопределенности** аттестованного значения характерны для алгоритмов: среднеарифметическое, средневзвешенное, оценки Mandel-Paule и DerSimonian-Laird. Причем данные алгоритмы **не устойчивы к выбросам** и к значениям СКО величины сдвигов.
2. **Средние значения стандартной неопределенности** аттестованного значения характерны для следующих алгоритмов: медиана, оценка Huber, оценка по ГОСТ 8.532, алгоритм А с итеративной шкалой по ГОСТ 50779.60.
3. Алгоритм Мориса Кокса и оригинальные алгоритмы 10-12, базирующиеся на идее нахождения «наибольшего согласованного подмножества» экспериментальных данных, обеспечивают **наиболее устойчивую оценку** и **меньшие значения стандартной неопределенности** межлабораторной характеристики СО. Следует отметить, что недооценка рассчитанного значения при количестве выбросов 4 из 16 не превышает 10 %, что делает данную оценку близкой к наблюдаемой при моделировании методом Монте-Карло.
4. Эксперимент показал, что количество участников МЛЭ, имеющих значимые смещения не должно превышать 4 из 16. Моделирование с другими N показало, что в общем случае **должно выполняться неравенство $n \leq \sqrt{N}$** , для корректной обработки результатов МЛЭ. В противном случае алгоритмы группы Кокса приводят к заниженной оценке $u(X_i)$, а остальные алгоритмы быстро теряют устойчивость.
5. Рассмотренные алгоритмы позволяют оценить стандартную неопределённость типа А, которая учитывает данные статистической обработки результатов МЛЭ, однако никак **не учитывает источники неопределённости типа В**, что крайне важно для установления метрологической прослеживаемости.



Прослеживаемость в МЛЭ

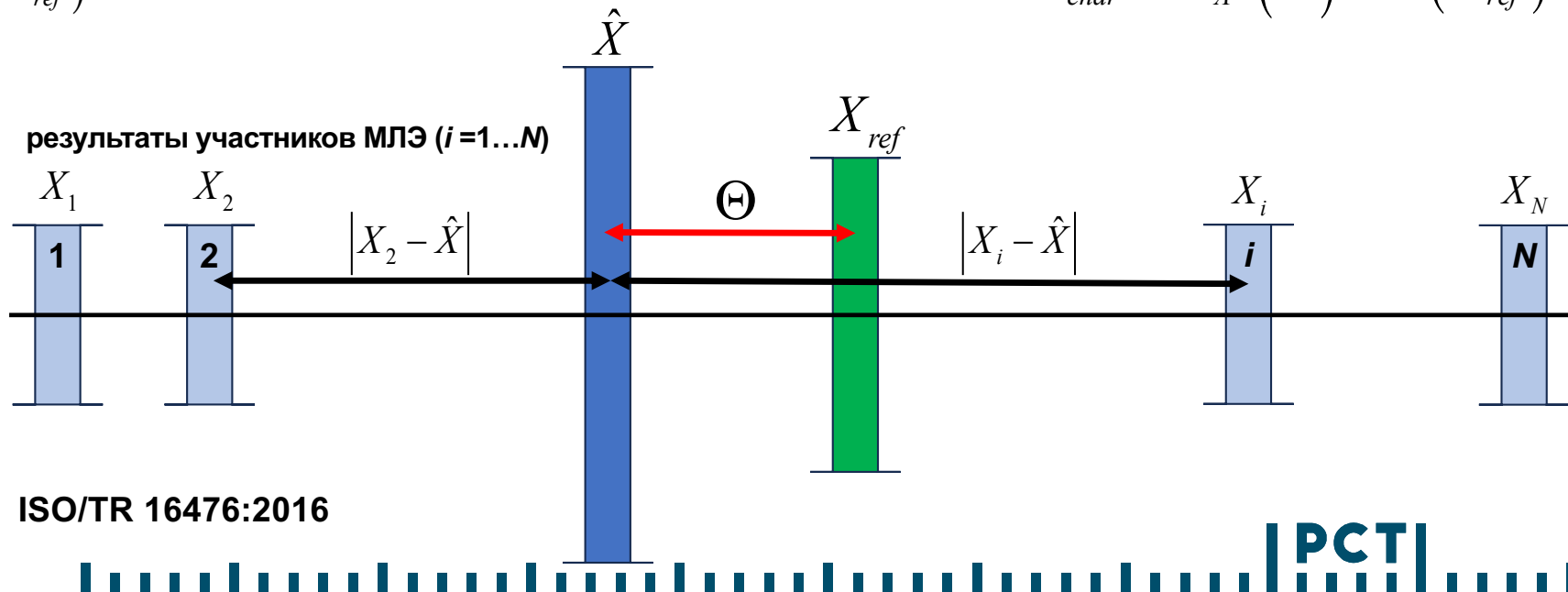
В результате МЛЭ

- \hat{X} Сертифицированное значение ССО
- $u_A(\hat{X})$ Стандартная неопределенность МЛЭ
- X_{ref} Опорное значение
- $u(X_{ref})$ Стандартная неопределенность опорного значения

$$u_{char} \neq u_A(\hat{X})$$

$$\Theta = |\hat{X} - X_{ref}|$$

$$u_{char}^2 = u_A^2(\hat{X}) + u^2(X_{ref}) + (\Theta/2)^2$$



Спасибо за внимание!



Sobina, E.P., Aronov, P.M., Migal, P.V. *et al.* Reference materials: selection of algorithm for estimating the certified value and its uncertainty based on the results of an interlaboratory experiment. *Meas Tech* 68, 473–490 (2025). <https://doi.org/10.1007/s11018-025-02468-5>



Прослеживаемость в МЛЭ вариант 2

В результате МЛЭ (участники представили u_c)

\hat{X} Сертифицированное значение ССО

$u_A(\hat{X})$ Стандартная неопределенность МЛЭ

X_{ref} Опорное значение

$u(X_{ref})$ Стандартная неопределенность опорного значения

$$u_{char} \neq u_A(\hat{X})$$

$$\Theta = |\hat{X} - X_{ref}|$$

$$u_{char}^2 = u_A^2(\hat{X}) + u^2(X_{ref}) + (\Theta/2)^2$$

