

Интервальный подход к оцениванию стабильности характеристик стандартного образца

С. И. Кумков^{1,*}, Л. А. Игнатенкова²

¹Институт математики и механики им. Н.Н. Красовского УрО РАН, Екатеринбург, Россия

²Центр метрологии и сертификации “Сертимет” УрО РАН, Екатеринбург, Россия

*Контактный e-mail: kumkov@imm.uran.ru

Рассматривается задача оценивания стабильности характеристик стандартного образца. При использовании происходит его старение, т. е. выход его характеристик за установленные пределы. При работе производится измерение и накопление значений его аттестованной характеристики. Вопрос о возможности дальнейшей эксплуатации образца решается по отклонению измеренных значений от первичных аттестованных. На практике, вероятностные данные о распределении погрешности аттестованного значения образца полностью неизвестны и трудно обосновать применение стандартных статистических методов оценивания стабильности его характеристик. В таких условиях использование методов интервального анализа является дополнением к уже существующим методикам оценивания стабильности характеристик. В настоящей работе методы интервального анализа применяются для построения множества допустимых значений параметров образца с использованием только величины ограничения на погрешность измерений.

Ключевые слова: стандартный образец, аттестованное значение, погрешность аттестованного значения, модель нестабильности, допустимые значения параметров, информационное множество, трубка допустимых зависимостей.

Введение

При эксплуатации стандартных образцов (СО) происходит некоторое изменение состава и свойств материала. В связи с этим большую важность приобретает вопрос о том, насколько аттестованные характеристики СО стабильны (или нестабильны) и можно ли продлить срок его годности. В соответствии с Рекомендацией [1] для исследования стабильности характеристик СО производится измерение его аттестованного значения (выходной характеристики) и накапливается соответствующая текущая выборка. При этом возникает задача оценивания стабильности гарантируемого текущего (аттестованного) значения характеристики образца и определения гарантируемой текущей (аттестованной) погрешности этого значения. Прогнозирование выполняется для того, чтобы по допускам на отклонения оцененных значений от аттестованных определить срок возможной дальнейшей эксплуатации данного СО. Задача решается на основе полученной выборки измерений, ограничения на погрешность измерений и принятой модели нестабильности выходного сигнала СО. При этом модель нестабильности — это

некоторая функция выходного сигнала от его основного аргумента, например времени эксплуатации и параметров.

В общем случае характер нестабильности состава и свойств материала образца заранее неизвестен. Поэтому на практике при выборе модели нестабильности для построения процедур оценивания исследователи сталкиваются еще и с необходимостью выбора адекватной модели. Так, в начале эксплуатации СО и при малом числе измерений применяют постоянную модель, а при увеличении срока эксплуатации СО и появлении нестабильности аттестованной характеристики широко используется линейная описывающая функция [1].

Задача оценивания параметров процесса нестабильности характеристик СО затрудняется рядом технических факторов. Как правило, аттестованное значение СО характеризуется приближенным значением величины погрешности и практически полным отсутствием данных о каком-либо вероятностном распределении этой погрешности. Более того, объем накапливаемых данных для оценивания нестабильности относительно невелик, и выборка измерений характеристик СО чаще всего короткая из-за ограниченного срока его годности.

Вследствие указанных причин трудно строго обосновать использование стандартных методов оценивания стабильности характеристик СО, основанных на идеологии теоретико-вероятностной математической статистики [1–3]. Часто эти методы применяются формально.

В описанных условиях дополнить статистические методы можно применением методов интервального анализа. Для построения множества допустимых значений параметров характеристики СО эти методы используют только модельное описание процесса нестабильности и величину ограничения на погрешность измерения аттестованного значения. Получающееся множество принято называть *информационным множеством* задачи. Оно содержит только те значения параметров модели нестабильности, которые совместны с моделью, накопленной выборкой измерений и величиной ограничения на погрешность измерения. На основе рассчитанного информационного множества строится “трубка” допустимых зависимостей и производятся необходимые вычисления прогнозируемого значения характеристики стандартного образца и прогнозируемого отклонения выходного сигнала образца от аттестованного первичного значения. После этого решается вопрос о возможности дальнейшего использования исследуемого образца.

Статья имеет следующую структуру. В разд. 1 рассматривается техническая сторона эксперимента, вводятся возможные типовые модели процесса нестабильности, описываются требуемые исходные данные. Раздел 2 посвящен описанию основных процедур интервального подхода, применяемых для построения информационного множества параметров процесса нестабильности и расчета прогнозируемых характеристик СО. Там же формулируется задача исследования. В разд. 3 приводятся числовые данные измерений реального стандартного образца состава титаномагнетитовой руды (аттестованное значение — массовая доля оксида кремния) [4]. Обработываются результаты измерений этого СО с использованием как постоянной модели нестабильности, так и линейной модели. Выполнены расчеты и построение искомого информационного множества, а также расчеты прогнозируемых характеристик образца для указанных моделей нестабильности. Производится сравнение этих результатов с расчетами по стандартному методу наименьших квадратов. Сделаны выводы о работоспособности предлагаемого интервального подхода и возможности его совместного использования с рекомендуемыми [1–3] процедурами оценивания.

1. Исходные данные для исследования стабильности характеристик СО

Фактическое описание нестабильности характеристик СО чаще всего неизвестно исследователю. Для разработки алгоритмов оценивания параметров нестабильности характеристик образца возможно использование различных моделей этого процесса. В настоящей работе применяются и исследуются две приближенные модели.

Глобальная постоянная модель стабильности имеет вид, не зависящий от времени использования СО [1]:

$$S(n, s_0) = s_0 = \text{const}, \quad n = 1, 2, \dots, \quad (1)$$

где $S(\cdot)$ — текущее значение аттестованной характеристики СО; s_0 — аттестованное значение СО; n — номер измерения аттестованного значения СО в течение срока годности.

Глобальная линейная модель нестабильности [1], наиболее широко используемая на практике, имеет вид

$$S(n, s_0, a) = s_0 + an, \quad n = 1, 2, \dots, \quad (2)$$

где $S(\cdot)$ — текущее значение аттестованной характеристики СО; n — номер измерения аттестованного значения СО в течение срока годности; s_0 — постоянная составляющая модели нестабильности характеристики СО; a — коэффициент нестабильности, причем в зависимости от характера нестабильности данный коэффициент может иметь как положительный, так и отрицательный знак. В глобальной линейной модели (2) параметры s_0 и a полагаются константами на всем рассматриваемом множестве “включений” образца.

Исходные данные СО. При выполнении измерений аттестованной характеристики СО накапливается следующая выборка:

$$\{n, s_n\}, \quad n = \overline{1, N}, \quad (3)$$

где N — число измерений аттестованного значения СО в течение срока годности. Мы считаем, что данные (3) зашумлены погрешностями измерений с моделью аддитивного абсолютного зашумления, причем погрешности ограничены по модулю и независимы в соседних измерениях

$$s_n = s_n^{\text{ист}} + e_n, \quad |e_n| \leq e_{\max}, \quad n = \overline{1, N},$$

где $s_n^{\text{ист}}$ — неизвестное измеряемое истинное значение СО после n -го “включения”; e_n — погрешность в n -м измерении; e_{\max} — ограничение (по модулю) погрешности измерения.

Полагается, что по результатам *первичной* аттестации данного СО известна следующая информация:

- $s_{\text{атт}}$ — аттестованное значение характеристики СО,
- $e_{\text{атт max}}$ — аттестованная погрешность измерений характеристики СО,
- e_{\max} — ограничение на погрешность измерений при эксплуатации СО.

Известны также возможные априорные интервалы значений параметров глобальной линейной модели нестабильности характеристик СО

$$\begin{aligned} s_{0a} &= [\underline{s}_{0a}, \overline{s}_{0a}], \\ a_a &= [\underline{a}_a, \overline{a}_a]. \end{aligned}$$

Здесь и далее в тексте мы придерживаемся стандартных обозначений, принятых для интервальных величин и переменных [5].

Для прогнозирования возможной нестабильности характеристик образца и принятия решения о его последующей эксплуатации (т. е. далее за полученную выборку из N измерений) задается некоторое разумное число N_{Π} возможных “включений”. Кроме того, для анализа возможности дальнейшей эксплуатации данного образца задаются допуски:

$$\begin{aligned} \Delta_s &— \text{на отклонение } \delta_s \text{ прогнозируемой величины } s_{\Pi} \\ &\text{от начального аттестованного значения } s_{\text{атт}} \text{ данного СО;} \\ \Delta_e &— \text{на отклонение прогнозируемой погрешности } e_{\Pi} \text{ выходной величины} \\ &\text{от исходной аттестованной величины } e_{\text{атт max}}. \end{aligned} \quad (4)$$

2. Интервальный подход к оцениванию стабильности характеристик СО. Постановка задачи

Основы интервального анализа как самостоятельной математической дисциплины были заложены в конце 50-х — начале 60-х гг. прошлого века трудами многих исследователей. У нас в стране пионерная работа в этом направлении принадлежит Л.В. Канторовичу [6], который впервые в мире наметил приложения интервального анализа в задачах обработки данных. В настоящее время достаточно полно разработаны как теоретические, так и прикладные вычислительные аспекты интервального анализа [7–10]. В частности, эффективные интервальные алгоритмы и программы были разработаны для решения ряда прикладных задач оценивания параметров экспериментальных химических процессов [11–15]. Напомним, что суть данных методов состоит в оценивании параметров процессов на основе информации об интервальных ограничениях на величину погрешностей, когда какие-либо вероятностные характеристики погрешностей измерений отсутствуют.

Введем следующие определения (используя стандарт на интервальные обозначения [5]). В отсутствие вероятностных данных о распределении погрешности измерения неопределенность каждого измерения при ограничении e_{max} на погрешность формализуется, например, [7, 8, 11, 15] в виде его интервала неопределенности

$$s_n = [\underline{s}_n, \bar{s}_n], \quad n = \overline{1, N},$$

у которого границы рассчитываются по формулам

$$\underline{s}_n = s_n - e_{\text{max}}, \quad \bar{s}_n = s_n + e_{\text{max}}, \quad n = \overline{1, N}, \quad (5)$$

а в начальный момент эксплуатации имеем интервал

$$s_{\text{атт}}, \quad \text{такой что } \underline{s}_{\text{атт}} = s_{\text{атт}} - e_{\text{атт max}}, \quad \bar{s}_{\text{атт}} = s_{\text{атт}} + e_{\text{атт max}},$$

где $s_{\text{атт}}$ — аттестованное значение СО в начале его эксплуатации; $e_{\text{атт max}}$ — погрешность аттестованного значения СО в начале его эксплуатации. Часто при обработке результатов измерений характеристик СО полагают $e_{\text{max}} = e_{\text{атт max}}$.

Допустимым значением аттестованной характеристики СО для исследуемой глобальной постоянной модели стабильности (1) является число

$$s, \quad \text{такое что } s \in s_n \text{ для всех } n = \overline{1, N}. \quad (6)$$

Соответствующая зависимость $S(n, s) = \text{const}$ также считается тогда допустимой.

Допустимым значением вектора параметров (s_0, a) для исследуемой глобальной линейной модели неустойчивости (2) является пара чисел

$$(s_0, a), \text{ такая что } S(n, s_0, a) \in \mathbf{s}_n \text{ для всех } n = \overline{1, N}, \quad (7)$$

и соответствующая зависимость $S(n, s_0, a)$ также признается допустимой.

Информационное множество (ИМ) — это совокупность всех допустимых значений вектора параметров, удовлетворяющих системе интервальных включений:

$$\mathbf{I}(s) = \{s : s \in \mathbf{s}_n, n = \overline{1, N}\} \text{ для модели (1);} \quad (8)$$

$$\mathbf{I}(s_0, a) = \{(s_0, a) : S(n, s_0, a) \in \mathbf{s}_n, n = \overline{1, N}\} \text{ для модели (2).} \quad (9)$$

Следует иметь в виду, что хотя мы и обозначаем (для удобства) множество $\mathbf{I}(s_0, a)$ жирным шрифтом как интервальную величину, в общем случае оно не является интервалом или интервальным вектором. Его форма может быть более сложной.

Обрабатываемая выборка измерений (3) полагается совместной в интервальном смысле, если существует хотя бы одно допустимое значение вектора параметров и имеется соответствующая допустимая зависимость, соответственно (6) или (7).

Трубка допустимых зависимостей \mathbf{Tb}_n — это совокупность всех допустимых значений процесса в n -м измерении, $n = \overline{1, N}$, и в прогнозируемых измерениях $n_{\Pi} = \overline{1, N_{\Pi}}$. Для каждого накопленного измерения сечение трубки, т. е. его интервал неопределенности, уточняется после обработки выборки измерений и построения информационного множества (8), (9) допустимых значений вектора параметров.

Границы трубки для исследованных в настоящей работе глобальных моделей с учетом границ (5) интервала неопределенности \mathbf{s}_n рассчитываются как:

— для постоянной модели (1) при $\mathbf{I}(s) = [\underline{\mathbf{s}}, \overline{\mathbf{s}}]$

$$\text{а) } \mathbf{Tb}_n = [\underline{\mathbf{Tb}}_n, \overline{\mathbf{Tb}}_n], \quad n = \overline{1, N},$$

$$\text{б) } \underline{\mathbf{Tb}}_n \equiv \underline{\mathbf{s}}, \quad \overline{\mathbf{Tb}}_n \equiv \overline{\mathbf{s}}; \quad (10)$$

— для линейной модели (2)

$$\text{а) } \mathbf{Tb}_n = [\underline{\mathbf{Tb}}_n, \overline{\mathbf{Tb}}_n], \quad n = \overline{1, N},$$

$$\text{б) } \underline{\mathbf{Tb}}_n = \max\{\underline{\mathbf{s}}_n, \min_{(s_0, a) \in \mathbf{I}(s_0, a)} S(n, s_0, a)\}, \quad (11)$$

$$\text{в) } \overline{\mathbf{Tb}}_n = \min\{\overline{\mathbf{s}}_n, \max_{(s_0, a) \in \mathbf{I}(s_0, a)} S(n, s_0, a)\}.$$

Для каждого возможного прогнозируемого измерения номера $n_{\Pi} = \overline{1, N_{\Pi}}$ сечение трубки рассчитывается по соответствующему информационному множеству (8), (9) и соответствующей модели (1) или (2):

— для постоянной модели (1) при $\mathbf{I}(s) = [\underline{\mathbf{s}}, \overline{\mathbf{s}}]$

$$\text{а) } \mathbf{Tb}_{n_{\Pi}} = [\underline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}}, \overline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}}], \quad n = \overline{N+1, N+N_{\Pi}},$$

$$\text{б) } \underline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}} \equiv \underline{\mathbf{s}}, \quad \overline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}} \equiv \overline{\mathbf{s}}; \quad (12)$$

— для линейной модели (2)

$$\text{а) } \mathbf{Tb}_{n_{\Pi}} = [\underline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}}, \overline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}}], \quad n = \overline{N+1, N+N_{\Pi}},$$

$$\text{б) } \underline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}} = \min_{(s_0, a) \in \mathbf{I}(s_0, a)} S(n, s_0, a), \quad (13)$$

$$\text{в) } \overline{\mathbf{Tb}}_{n_{\Pi}} = \max_{(s_0, a) \in \mathbf{I}(s_0, a)} S(n, s_0, a).$$

Задача исследования для глобальной постоянной модели (1) формулируется следующим образом: с помощью методов интервального анализа необходимо построить информационный интервал (8) значений коэффициента модели неустойчивости характеристики СО, совместных с данными (3), а также трубки допустимых зависимостей (10) и прогнозируемых (12) значений процесса неустойчивости СО.

Задача исследования для глобальной линейной модели (2) формулируется следующим образом: с помощью методов интервального анализа необходимо построить информационное множество (9) коэффициентов модели неустойчивости СО, совместных с данными (3), а также трубки допустимых зависимостей (11) и прогнозируемых (13) значений процесса неустойчивости.

Для глобальной постоянной и глобальной линейной моделей быстрые процедуры построения информационного множества (8), (9) с точным описанием его границ разработаны и применялись для решения ряда прикладных задач [11–15]. Благодаря прямому использованию линейности моделей (1) и (2) разработанные процедуры оказываются более быстрыми и дают более точное описание информационного множества по сравнению даже с мощными процедурами типа SIVIA [7], которые предназначены для работы с общими нелинейными зависимостями.

Замечание. Как будет показано ниже, формальное применение стандартного [2, 3] метода наименьших квадратов (МНК) и соответствующей точечной оценки параметров неустойчивости ($s_{\text{МНК}}$ для постоянной модели и $s_{\text{МНК}}, a_{\text{МНК}}$ для линейной модели) оказывается полезным для анализа совместности обрабатываемой выборки измерений и качественного сравнения с результатами расчетов на основе интервального подхода.

3. Исходные данные для оценивания стабильности характеристик реального СО и их обработка

При разработке и исследовании алгоритмов оценивания параметров неустойчивости СО использовались результаты измерений реального стандартного образца [4] состава титаномагнетитовой руды (аттестованное значение — массовая доля оксида кремния; далее этот образец будем называть “СО массовой доли оксида кремния”). Результаты измерения аттестованного значения приведены ниже в виде троек следующего формата (номер пробы-измерения; срок измерения, месяцы; результат измерения, % м. д.):

(1, 1, 3.395),	(2, 2, 3.421),	(3, 3, 3.393),	(4, 4, 3.404),
(5, 5, 3.385),	(6, 6, 3.456),	(7, 7, 3.485),	(8, 8, 3.501),
(9, 9, 3.480),	(10, 10, 3.482),	(11, 11, 3.541),	(12, 12, 3.561),
(13, 13, 3.552),	(14, 14, 3.495),	(15, 15, 3.606),	(16, 16, 3.478).

Аттестованное значение — массовая доля оксида кремния $s_{\text{атт}} = 3.470$ % м. д. Абсолютная погрешность аттестованного значения $e_{\text{атт max}} = 0.086$ % м. д.

Входная информация для СО массовой доли оксида кремния показана на рис. 1, а. Здесь вертикальный пунктирный отрезок — интервал $s_{\text{атт}}$ аттестованного значения $s_{\text{атт}}$ СО. Горизонтальные пунктирные линии — границы $\underline{s}_{\text{атт}}$ и $\bar{s}_{\text{атт}}$ его интервала неопределенности. Крестики — зашумленные измерения s_n ; вертикальные отрезки с засечками — интервалы s_n неопределенности измерений при заданном уровне погрешности измерения e_{max} , принятого равным аттестованной величине $e_{\text{атт max}}$. Кружками отмечены измерения под номерами 12 и 15, которые формально могут считаться выбросами,

так как лежат выше верхней границы $\bar{s}_{\text{атт}}$ интервала неопределенности аттестованного значения данного СО.

Для оценивания нестабильности характеристик СО массовой доли оксида кремния используют две модели.

Постоянная модель. Анализ входной выборки и рис. 1, *a* показывает ее несовместность (рис. 1, *б*) при аттестованном уровне погрешности $e_{\text{атт max}} = 0.086\%$ м. д. Здесь нижняя граница \underline{s}_{15} интервала \mathbf{s}_{15} неопределенности измерения под номером 15 расположена выше верхней границы \bar{s}_5 интервала \mathbf{s}_5 неопределенности измерения под номером 5 (уровни этих границ отмечены тонкими горизонтальными стрелками).

Это прямо указывает на то, что в исследуемой выборке фактический уровень зашумления (искажения) измерений превышает указанную аттестованную величину $e_{\text{атт max}}$. По простой интервальной процедуре (см., например, [11, 14, 15]) определяется фактический уровень e_{max}^* погрешности в данной выборке $e_{\text{max}}^* = 0.111\%$ м. д. При инженерном увеличении уровня учитываемой погрешности на 10% от величины e_{max}^* до $e_{\text{max}} = 0.122\%$ м. д. получаем совместную выборку измерений (рис. 2, *a*).

Обработка совместной выборки по стандартной процедуре МНК дает (рис. 2, *б*) оценку $s_{\text{МНК}}$, стандартное отклонение $\sigma_{\text{МНК}}$, нижнюю $\underline{s}_{\text{МНК}}$ и верхнюю $\bar{s}_{\text{МНК}}$ границы для $\pm 2\sigma_{\text{МНК}}$ доверительного интервала $\mathbf{s}_{\text{МНК}}$:

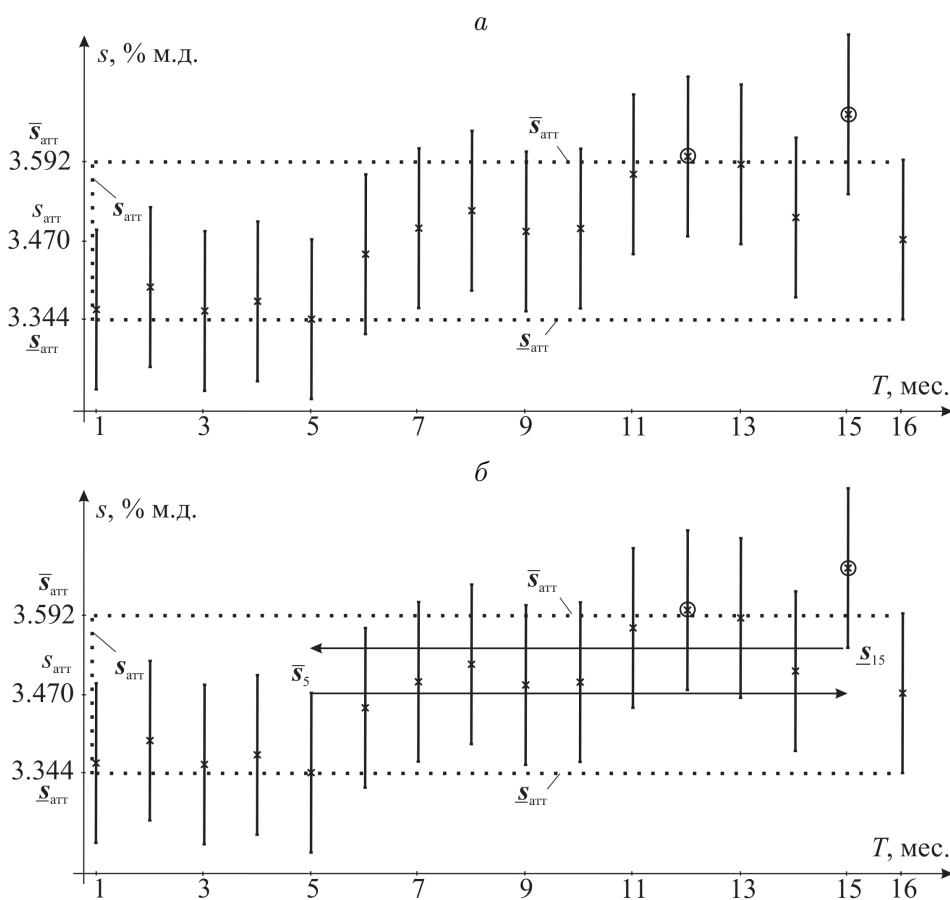


Рис. 1. Результат измерений СО массовой доли оксида кремния; обработка с использованием постоянной модели нестабильности; $e_{\text{max}} = e_{\text{атт max}} = 0.086\%$ м. д.; *a* — исходные данные; *б* — несовместность исходной выборки, фактический уровень погрешности $e_{\text{max}}^* = 0.111\%$ м. д.

$$\begin{aligned} s_{\text{МНК}} &= 3.477 \% \text{ м. д.}, & \sigma_{\text{МНК}} &= 0.06611 \% \text{ м. д.}, \\ \underline{s}_{\text{МНК}} &= 3.344 \% \text{ м. д.}, & \bar{s}_{\text{МНК}} &= 3.609 \% \text{ м. д.} \end{aligned} \quad (14)$$

Интервальная оценка (8) на основе постоянной модели находится как интервал, получаемый пересечением интервалов неопределенности (5) измерений

$$\begin{aligned} \mathbf{I}(s) &= \bigcap_{n=1,16} \mathbf{s}_n = [\underline{s}, \bar{s}], \\ \underline{s} &= 3.484 \% \text{ м. д.}, & \bar{s} &= 3.507 \% \text{ м. д.} \end{aligned}$$

Видно (рис. 2, б), что интервал $\mathbf{I}(s)$ формируется верхней границей \bar{s}_5 интервала неопределенности измерения 5 и нижней границей \underline{s}_{15} интервала неопределенности измерения 15 (отмечены тонкими горизонтальными стрелками). Напомним, что аттестованное значение данного СО и интервал его неопределенности составляют $s_{\text{атт}} = 3.470 \% \text{ м. д.}$, $\underline{s}_{\text{атт}} = 3.348 \% \text{ м. д.}$, $\bar{s}_{\text{атт}} = 3.592 \% \text{ м. д.}$

Однако использование (в качестве дополнительного измерения) исходного аттестованного значения $s_{\text{атт}}$ с его интервалом $[\underline{s}_{\text{атт}}, \bar{s}_{\text{атт}}]$ не дает улучшения полученного интервала $\mathbf{I}(s)$ (рис. 2, б). Здесь также отмечены: возможный прогнозируемый интервал $\mathbf{s}_{\text{пр}}$ (жирный вертикальный отрезок), который тривиально совпадает с интервалом $\mathbf{I}(s)$,

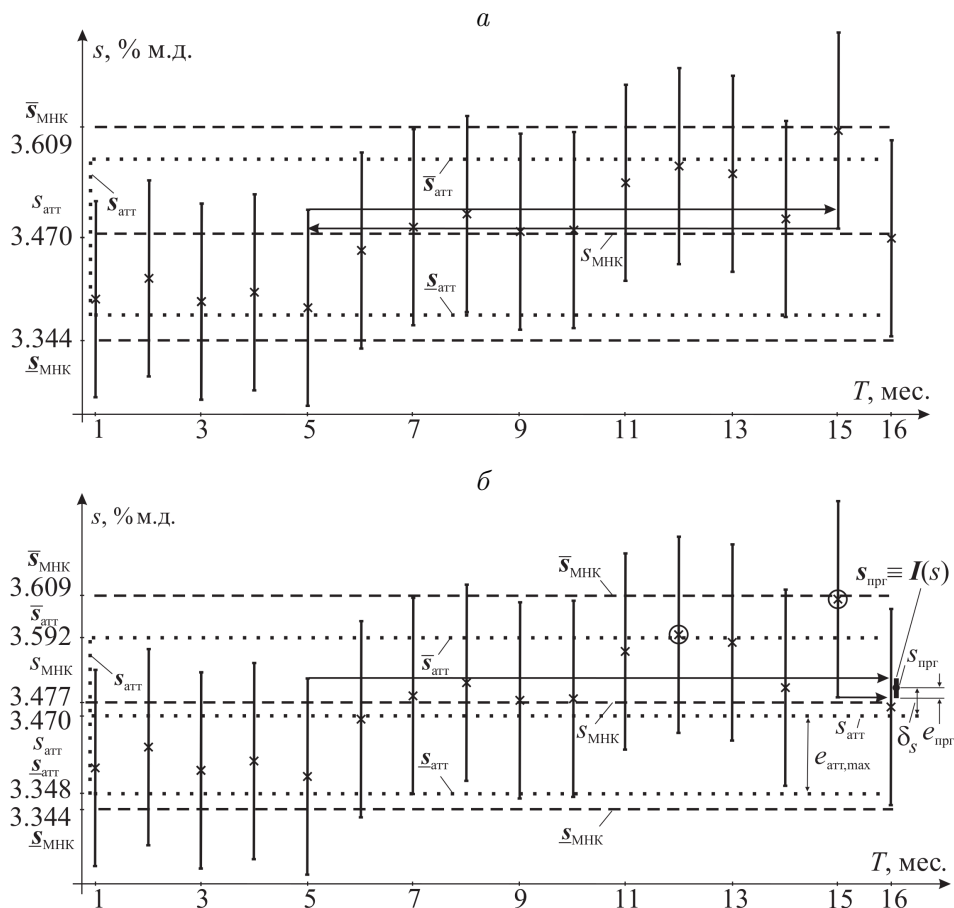


Рис. 2. Результаты измерений СО массовой доли оксида кремния; обработка с использованием постоянной модели; а — совместность выборки при увеличении погрешности от аттестованного значения $e_{\text{max}} = 0.086 \% \text{ м. д.}$ до $e_{\text{max}}^* = 0.122 \% \text{ м. д.}$; б — оценка допустимого интервала по МНК и интервальная оценка $\mathbf{I}(s)$

центральная точка $s_{\text{п}}$ (черный кружок), ее отклонение δ_s от аттестованного значения $s_{\text{атт}}$, прогнозируемая $e_{\text{п}}$ и аттестованная $e_{\text{атт max}}$ погрешности.

Эти результаты вместе с допусками Δ_s, Δ_e (4) и со стандартными оценками (14) по МНК позволяют принять обоснованное решение о необходимости уточнения аттестованного значения, погрешности аттестованного значения и только после этого — о возможности дальнейшей эксплуатации данного СО.

Линейная модель. Результаты обработки по МНК выборки данных СО с использованием линейной модели (2) показаны на рис. 3. Здесь штриховыми наклонными линиями отмечены средняя аппроксимирующая зависимость по МНК $s_{\text{МНК}}(T)$, нижняя $\underline{s}_{\text{МНК}}(T)$ и верхняя $\bar{s}_{\text{МНК}}(T)$ стандартные граничные зависимости по стандартному отклонению $\pm 2\sigma_{\text{МНК}}$:

$$\begin{aligned} s_{\text{МНК}}(T) &= s_{0\text{МНК}} + a_{\text{МНК}}T, \quad \sigma_{\text{МНК}} = 0.03796 \% \text{ м. д.}, \\ s_{0\text{МНК}} &= 3.391 \% \text{ м. д.}, \quad a_{\text{МНК}} = 0.0113 \% \text{ м. д./T}. \end{aligned} \quad (15)$$

Видно, что сама линия МНК $s_{\text{МНК}}(T)$ допустима, так как проходит через все интервалы неопределенности всех измерений. Соответственно, точка $(s_{0\text{МНК}}, a_{\text{МНК}})$ параметров этой линии также является допустимой.

Интервальный подход [11–15] к оцениванию информационного множества $\mathbf{I}(s_0, a)$ (9) допустимых значений параметров (s_0, a) дает результаты, представленные на рис. 4, а (общая картина результата). Здесь для сравнения наклонная узкая фигура с пунктирными границами — начальное множество $\mathbf{G}(s_0, a)_{1,2}$ допустимых значений параметров, совместных с интервалами неопределенности измерений s_1 и s_2 . На рис. 4, б в увеличенном виде показано результирующее информационное множество $\mathbf{I}(s_0, a)$ — наклонный выпуклый четырехугольник с линейными границами (сплошные отрезки). Его вершины имеют значения:

$$\begin{aligned} (s_{\text{I}}, a_{\text{I}}) &= (3.501 \% \text{ м. д.}, -0.002299 \% \text{ м. д./T}), \\ (s_{\text{II}}, a_{\text{II}}) &= (3.464 \% \text{ м. д.}, 0.008454 \% \text{ м. д./T}), \\ (s_{\text{III}}, a_{\text{III}}) &= (3.256 \% \text{ м. д.}, 0.0219 \% \text{ м. д./T}), \\ (s_{\text{IV}}, a_{\text{IV}}) &= (3.270 \% \text{ м. д.}, 0.01423 \% \text{ м. д./T}). \end{aligned} \quad (16)$$

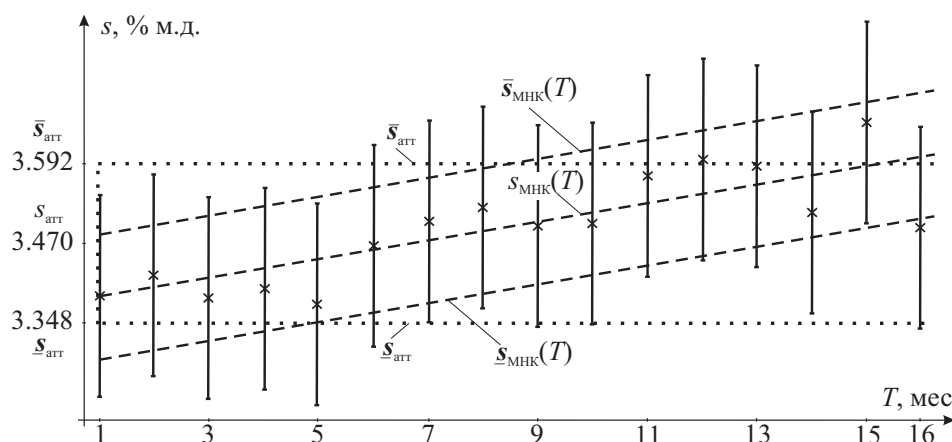


Рис. 3. Результаты измерений СО массовой доли оксида кремния; обработка с использованием линейной модели; исходные данные; оценка по МНК

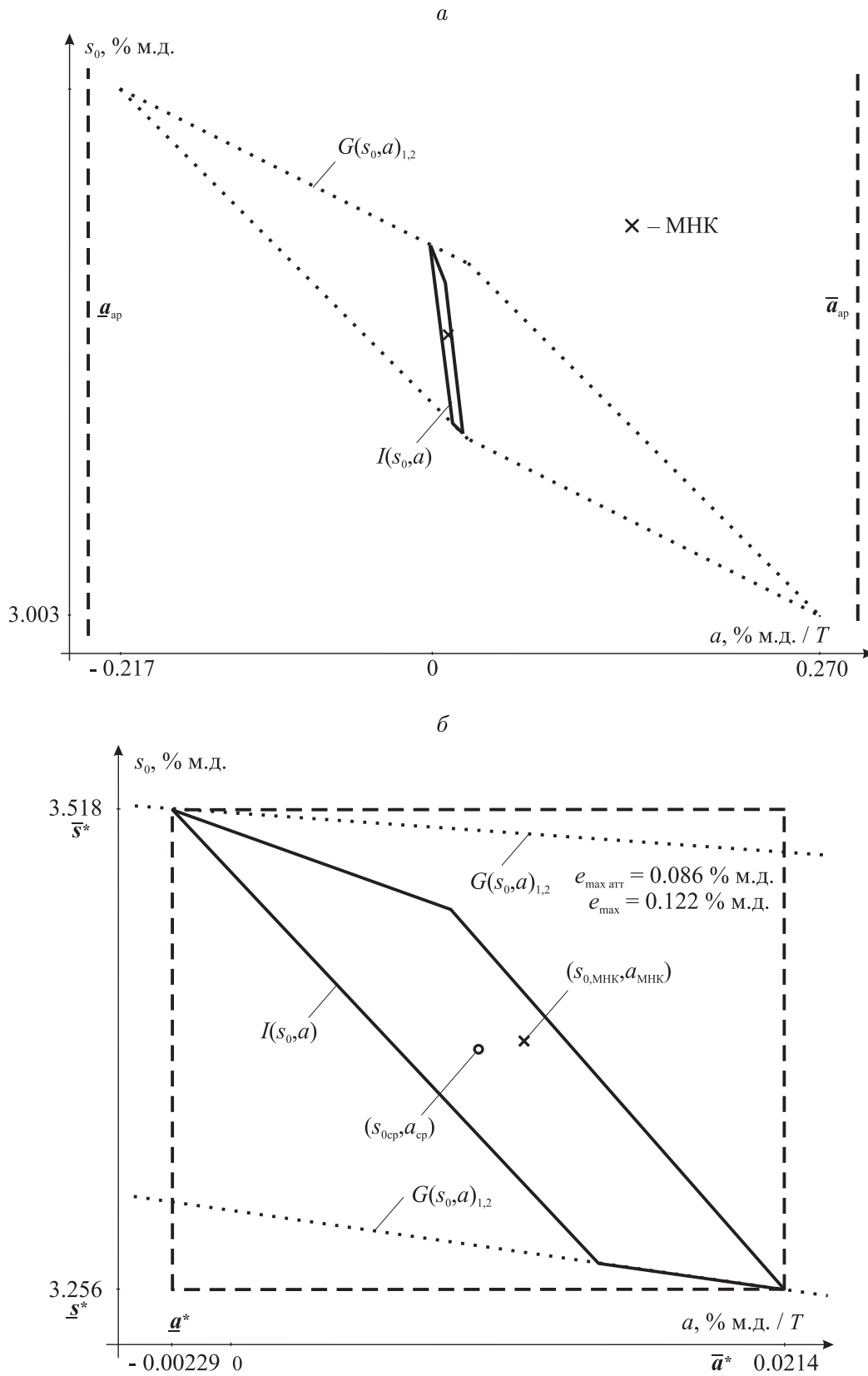


Рис. 4. Информационные множества $I(s_0, a)$ и $G(s_0, a)$ допустимых значений параметров для линейной модели нестабильности: a — общий вид; b — подробное изображение и безусловные интервалы s_0^* и a^* параметров

Прямоугольник со штриховыми граничными линиями соответствует минимальной по включению внешней интервальной оценке информационного множества. Размахи прямоугольника — безусловные интервалы значений параметров:

$$\begin{aligned} [\underline{a}^*, \bar{a}^*] &= [-0.002299, 0.02149] \% \text{ м. д.}/T, \\ [\underline{s}_0^*, \bar{s}_0^*] &= [3.256, 3.518] \% \text{ м. д.} \end{aligned}$$

Внутри множества (рис. 4, б) отмечены точка $(s_{0\text{МНК}}, a_{0\text{МНК}})$, т. е. оценка по МНК (15) (крестик), и средняя точка $(s_{0\text{ср}}, a_{\text{ср}})$ (кружок) информационного множества $I(s_0, a)$:

$$\begin{aligned} a_{\text{ср}} &= 0.5(\bar{a}^* + \underline{a}^*) = 0.00960 \% \text{ м. д.}/T, \\ s_{0\text{ср}} &= 0.5(\bar{s}_0^* + \underline{s}_0^*) = 3.387 \% \text{ м. д.} \end{aligned}$$

Информационное множество $I(s_0, a)$ позволяет построить трубку (11) $\{\mathbf{Tb}_n = [\underline{Tb}_n, \bar{Tb}_n]\}$ зависимостей и трубку (13) $\{\mathbf{Tb}_{n\text{п}} = [\underline{Tb}_{n\text{п}}, \bar{Tb}_{n\text{п}}]\}$ допустимых интервалов, прогнозируемых на возможные последующие моменты измерений (рис. 5). Здесь границы трубки $\{\mathbf{Tb}_n\}$ отмечены тонкими наклонными отрезками (сплошные линии), сечения $\underline{Tb}_n - \bar{Tb}_n$ трубки для каждого значения аргумента T_n (времени выполнения измерения) отмечены жирными вертикальными штриховыми отрезками рядом с отрезками интервалов неопределенности измерения.

Границы прогнозируемой трубки $\{\mathbf{Tb}_{n\text{п}}\}$ показаны жирными наклонными отрезками, прогнозируемые интервалы $\underline{Tb}_{n\text{п}} - \bar{Tb}_{n\text{п}}$ — жирными вертикальными отрезками, а кружки означают их центральные точки $s_{n\text{п}}$. В правой части рис. 5 отмечены также аттестованное значение $s_{\text{атт}}$, аттестованная погрешность $e_{\text{атт max}}$ и прогнозируемая

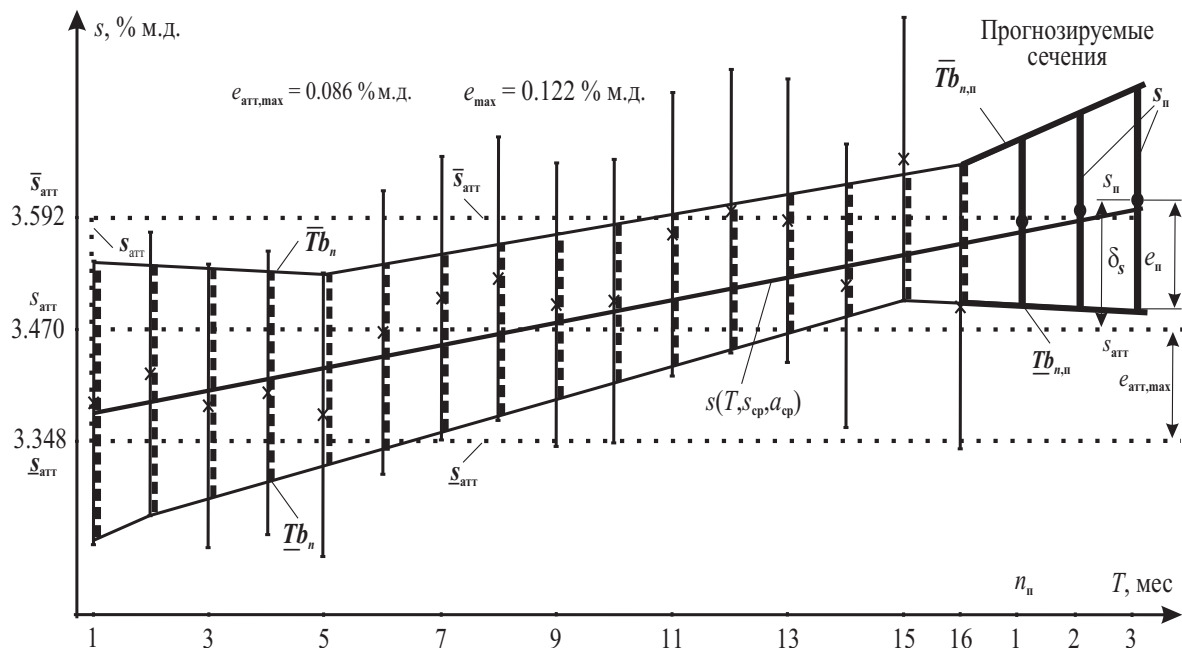


Рис. 5. Трубка допустимых зависимостей СО массовой доли оксида кремния для линейной модели нестабильности в рамках интервального подхода: прогнозируемые интервалы допустимых значений СО и его прогнозируемой погрешности

погрешность $e_{\text{п}}$. Полученные результаты, взятые вместе с допусками Δ_s, Δ_e из (4) и со стандартными оценками (15) по МНК, составляют основу для принятия решения о необходимости уточнения аттестованного значения и погрешности аттестованного значения. В свою очередь, это позволит далее судить о возможности дальнейшей эксплуатации данного СО.

Заключение

Рассмотрено применение интервального подхода к оцениванию параметров неустойчивости характеристик реального СО в условиях, когда отсутствуют какие-либо вероятностные данные о погрешности измерений в процессе его эксплуатации и контроля.

Исследования проведены для глобальной постоянной и глобальной линейной моделей изменения характеристик СО.

Отмечается, что в указанных условиях методы интервального анализа и стандартных статистических подходов (например, метода наименьших квадратов) могут дополнять друг друга, позволяя проводить совместный анализ и качественное сравнение результатов исследований и, как следствие, адекватно спрогнозировать неустойчивость характеристик стандартного образца.

Благодарности. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-01-07909).

Список литературы / References

- [1] Р 50.2.031-2003. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Методика оценивания характеристик. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2004. 10 с.
R 50.2.031-2003. Standard samples for compound and properties of substances and materials. Methodic for estimation of characteristics. Moscow: IPC Publ. of Standards, 2004. 10 p. (In Russ.)
- [2] ГОСТ 8.207-76. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. М.: Стандартиформ, 2006. 9 с.
GOST 8.207-76. Direct measurements with multiple observations. Methods for processing the observation results. Moscow: Standartinform, 2006. 9 p. (In Russ.)
- [3] Р 50.2.028-2003. Оценивание погрешностей (неопределенности) линейных градуировочных характеристик при использовании метода наименьших квадратов. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2003. 9 с.
R 50.2.028-2003. Estimation of errors (uncertainty) for linear calibration characteristics by application of the least squares method. Moscow: IPC Publisher of Standards, 2003. 9 p. (In Russ.)
- [4] Отчет по разработке и аттестации стандартного образца предприятия состава руды титаномагнетитовой СОП-16352-002-2013. Екатеринбург: Центр метрологии и сертификации "СЕРТИМЕТ" УрО РАН, 2013. 63 с.
Report on elaboration and certification of the industrial enterprise standard for sample of titanium-magnetite ore SOP-16352-002-2013. Ekaterinburg: Tsentr Metrologii i Sertifikatsii "SERTIMET" UrO RAN, 2013. 63 p. (In Russ.)

- [5] **Kearfott, R.B., Nakao, R.B., Neumaier, A., Rump, S.M., Shary, S.M., van Hentenryck, P.** Standardized notation in interval analysis // *Comput. Technologies*. 2010. Vol. 15, No. 1. P. 7–13. Available at: http://ict.nsc.ru/jct/content/t15n1/Shary_n.pdf
- [6] **Канторович Л.В.** О некоторых новых подходах к вычислительным методам и обработке наблюдений // *Сиб. матем. журнал*. 1962. Т. 3, № 5. С. 701–709. Адрес доступа: <http://www.nsc.ru/interval/Library/Thematic/DataProcs/Kantorovich62.pdf>
Kantorovich, L.V. On some new approaches to numerical methods and processing the observations // *Siberian Math. J.* 1962. Vol. 3, No. 5. P. 701–709. Available at: <http://www.nsc.ru/interval/Library/Thematic/DataProcs/Kantorovich62.pdf> (In Russ.)
- [7] **Жолен Л., Кифер М., Дидри О., Вальтер Э.** Прикладной интервальный анализ. М.; Ижевск: Регулярная и хаотическая динамика, 2007. 468 с.
Jaulin, L., Kieffer, M., Didrit, O., Walter, E. Applied interval analysis. London: Springer, 2001. 395 p.
- [8] **Хансен Э., Уолстер Дж.У.** Глобальная оптимизация с помощью методов интервального анализа. М.; Ижевск: Регулярная и хаотическая динамика, 2010. 516 с.
Hansen, E., Walster, G.W. Global optimization using interval analysis. New York: Marcel Dekker, 2004. 492 p.
- [9] **Шарый С.П.** Конечномерный интервальный анализ. Электронная книга. Новосибирск: Ин-т вычисл. технологий СО РАН, 2016. 617 с. Адрес доступа: <http://www.nsc.ru/interval/Library/InteBooks/SharyBook.pdf>
Shary, S.P. Finite-dimensional interval analysis. Electronic book. Novosibirsk: Institute of Computational Technologies SB RAS, 2016. 617 p. Available at: <http://www.nsc.ru/interval/Library/InteBooks/SharyBook.pdf> (In Russ.)
- [10] **Zhilin, S.I.** Simple method for outlier detection in fitting experimental data under interval error // *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*. 2007. Vol. 88, iss. 1. P. 6–68. DOI: 10.1016/j.chemolab.2006.10.004.
- [11] **Kumkov, S.I.** An estimation problem of chemical process with confluent parameters: an interval approach // *Reliable Computing*. 2016. Vol. 22. P. 15–25.
- [12] **Redkin, A.A., Zaikov, Yu.P., Tkacheva, O., Kumkov, S.I.** Molar thermal conductivity of molten salts // *Ionics*. 2016. Vol. 22, No. 1. P. 143–149. DOI: 10.1007/s11581-015-1592-y.
- [13] **Redkin, A.A., Zaikov, Yu.P., Korzun, I.V., Reznitskikh, O.G., Yaroslavtseva, T.V., Kumkov, S.I.** Heat capacity of molten halides // *J. Phys. Chem. B*. 2015. Vol. 119, No. 2. P. 509–512. DOI: 10.1021/jp509932e.
- [14] **Kumkov, S.I., Mikushina, Yu.V.** Interval Approach to identification of catalytic process parameters // *Reliable Computing*. 2013. Vol. 19, iss. 2. P. 197–214.
- [15] **Кумков С.И.** Обработка экспериментальных данных ионной проводимости расплавленного электролита методами интервального анализа // *Расплавы*. 2010. № 3. С. 86–96. Адрес доступа: http://home.imm.uran.ru/kumkov/stat/rasplav1203_kumkov/rasplav201203_kumkov.pdf
Kumkov, S.I. Procession of experimental data on conductivity of molten electrolyte by methods of interval analysis // *J. Melts*. 2010. No. 3. P. 86–96. Available at: http://home.imm.uran.ru/kumkov/stat/rasplav1203_kumkov/rasplav201203_kumkov.pdf (In Russ.)

Interval approach to estimation of stability for characteristics of standard samples

KUMKOV, SERGEI I.^{1,*}, IGNATENKOVA, LARISA A.²

¹Krasovskii Institute of Mathematics and Mechanics UrB RAS, Ekaterinburg, 620990, Russia

²Center of metrology and certification “Sertimet”, Ekaterinburg, 620990, Russia

*Corresponding author: Kumkov, Sergei I., e-mail: kumkov@imm.uran.ru

We consider the problem for estimation of the stability for characteristics of a standard sample (SS), either still in use or expired. Due to operation, the characteristics of the sample are subject to “ageing”, that is falling out of the assigned bounds. This process can be described by instability model — a function containing parameters of the sample, which include the certified value of its characteristic and the uncertainty of this value. During the useful life of the standard sample, we measure the value of its certified characteristic. The deviation from the accumulated set of measurements is then estimated. The question on whether to exploit or not the standard sample any further is resolved based on the discrepancy between the measured and the certified values. However, in practice, any information about the probabilistic distribution of the errors is unavailable. In addition, the instability model is not known either. Hence, it is hardly possible to strictly substantiate the use of the standard statistical methods for estimating the stability characteristics of the standard sample, thus, these techniques can only be applied formally. Under such conditions, the use of methods of interval analysis is a reasonable complement to already existing techniques that evaluate the stability of characteristics.

Interval methods for constructing the feasible parameter set do not require information on the probabilistic distribution of errors, they only rely on the process of instability model and two-sided error bounds. The resulting set of feasible parameter values is called *information set*. We use it to calculate the predicted values for the characteristic of the standard sample and, accordingly, the predicted errors of this value.

Keywords: standard sample, certified value, certified value error, instability model, feasible parameter values, information set, feasible dependency tube.

Acknowledgements. This research was supported by RFBR (grant No. 15-01-07909).

Received 10 February 2017