

## 2.17. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 17. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

**Цель работы:** по полученным в предыдущей лабораторной работе спектрам провести анализ погрешностей по представленным методикам.

### Задание по работе

1. Провести анализ накопленных спектров вторичного излучения образца.
2. Проанализировать распознанный состав образца, неизвестные линии спектра проанализировать и распознать (методика распознавания описана в инструкции к рентгеноспектральному микроанализатору).
3. Проанализировать качество спектра при различном времени исследования, при различных ускоряющих напряжениях.
4. Провести вычисления погрешностей по указанным ниже методикам.

### Методические указания по выполнению работы

**Обработка и формы представления результата измерения.** Рассмотрим группу из  $n$  независимых наблюдений случайной величины  $x$ , подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (2.11)$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин – стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \quad (2.12)$$

Поскольку число наблюдений  $n$  в группе ограничено, то заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \quad (2.13)$$

Величину отклонения  $S(x)$  используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал

с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности вводится коэффициент  $t_q$ . Коэффициент  $t_q$  распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений  $n$  и выбранной доверительной вероятности  $P_\delta$ ; его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

обрабатывается ограниченная группа из  $n$  наблюдений;

результаты наблюдений  $x_i$  могут содержать систематическую погрешность;

в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;

распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке:

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений  $\bar{x}$  и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.12) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений  $S(x)$ .

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют  $\bar{x}$  и  $S(x)$ .

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения  $S(\bar{x})$  среднего арифметического серии измерений по формуле (2.13).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приблизительно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений  $n < 15$  принадлежность результатов к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы  $\varepsilon$  случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности  $P_\delta$ :

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \quad (2.14)$$

где  $t_q$  – коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений. НСП результата образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При суммировании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные, и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \theta_i^2}, \quad (2.15)$$

где  $\theta_i$  – граница  $i$ -й неисключенной составляющей систематической погрешности;  $k$  – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью;  $m$  – количество неисключенных составляющих систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают той же, что при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если  $\frac{\theta}{S(\bar{x})} < 0,8$ , то границы погрешности результата принимают равными  $\Delta = \varepsilon$ . Если  $\frac{\theta}{S(\bar{x})} > 8$ , то границы погрешности результата измерения принимают равными  $\Delta = \theta$ .

Если оба условия не выполняются ( $0,8 < \frac{\theta}{S(\bar{x})} < 8$ ), то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \quad (2.16)$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляются по формуле  $\Delta = \pm t \cdot S_{\Sigma}$ . Коэффициент  $t$  определяется по эмпирической зависимости:

$$t = \frac{\theta + \varepsilon}{0,577 \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}}. \quad (2.17)$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в форме  $\bar{x} \pm \Delta, P_{\delta}$ ; при отсутствии данных о видах функции распределения составляющих погрешности результата – или полиномами:

$$y = A + Bx + Cx^2 + \dots + Hx^m,$$

или экспоненциальными функциями:

$$y = A \exp(Bx),$$

где  $A, B, C, \dots, H$  – постоянные коэффициенты.

**Оценивание достоверности результата испытаний.** Согласно принятому определению, испытание – это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основанием для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д.

С метрологической точки зрения, цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему (заштрихованная область на рис. 2.55). Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения по причине погрешности измерения параметра, а также потому, что невозможно точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

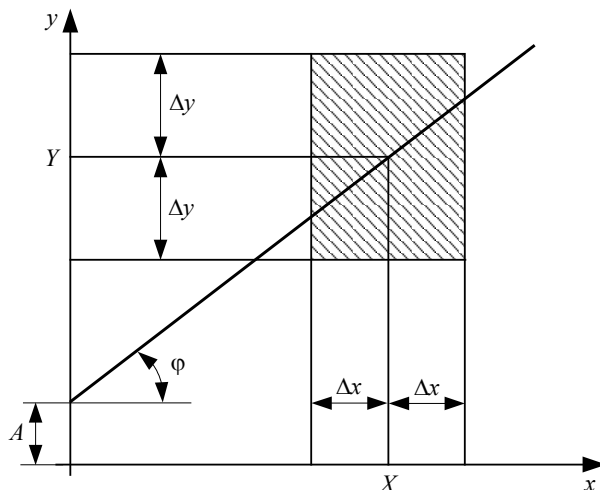


Рис. 2.55. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания  $\Delta_{\text{исп}}$ . Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.56. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия  $M(X)$  в условиях, характеризуемых номинальным значением испытательного воздействия (установки)  $X$ . Положим, что зависимость  $M = M(x)$  – линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно  $\Delta_{\text{изм}}$  и  $\Delta x$ .

При отсутствии погрешности измерения  $\Delta_{\text{изм}}$  параметра  $M$  возможный результат испытания находится в пределах

$$M_u = M(X) \pm \Delta x \cdot M'(x),$$

где  $M'(x)$  – производная от  $M(x)$ . Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения  $\Delta_{\text{изм}}$  параметра  $M$  наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания будет:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \Delta x + M'(x). \quad (2.18)$$

Результат испытаний следует записать в виде:

$$M_u = M_{\text{изм}} \pm \Delta_{\text{исп}}.$$

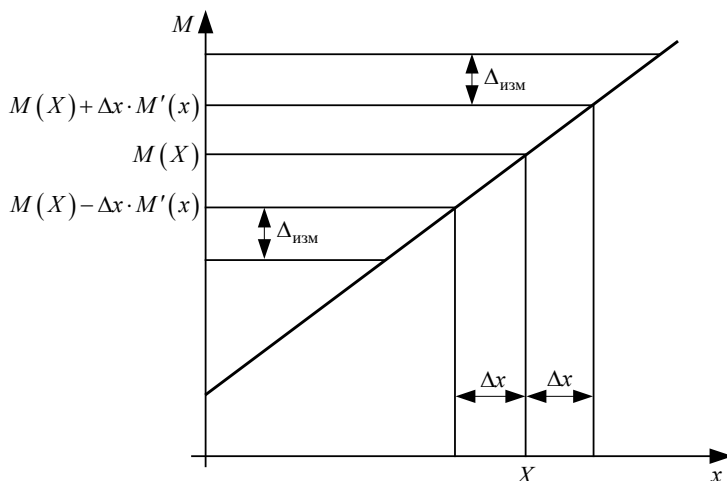


Рис. 2.56. Формирование погрешности испытания

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать  $m$  параметров испытательных воздействий:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \sum_{i=1}^m \Delta x_i M'(x_i), \quad (2.19)$$

где  $\Delta x_i$  – погрешность установки  $i$ -го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

**Оценивание результата измерительного контроля.** Стандартом на тер-мины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие контроль формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый с применением средств измерений, называют измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сущности процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждение типа «годен – не годен», «брак – норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля – вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой 1-го рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой 2-го рода. Вероятность получения верного результата контроля:  $P_B = 1 - (P_1 + P_2)$ , где  $P_1$  и  $P_2$  – вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра  $x$  которого описывается некоторым распределением плотности вероятности  $f(x)$  на рис. 2.57, где  $X$  – номинальное значение параметра,  $X_B$  – его верхний предельный размер,  $X_H$  – нижний предельный размер,  $T_x = X_B - X_H$  – допуск параметра. На рис. 2.57 показано также распределение плотности вероятностей погрешностей  $f(\Delta x)$  средства измерений, примененного для контроля. Так как средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при  $x = x_1$ ) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема – оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

При контроле партии изделий вероятность ошибок 1-го и 2-го рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

- 1)  $m$  – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок 2-го рода);
- 2)  $n$  – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок 1-го рода).

Параметры  $m$  и  $n$  определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

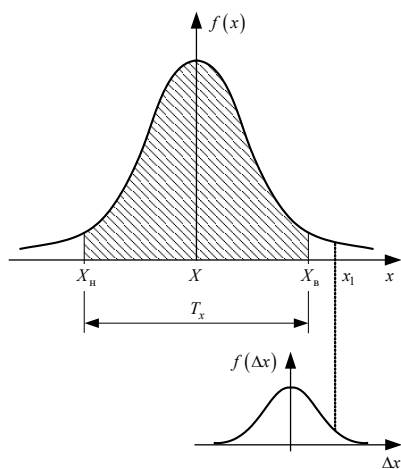
$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x}\right) \cdot 100\%. \quad (2.20)$$

где  $\sigma$  – стандартное отклонение измерения;  $T_x$  – допуск контролируемого параметра (табл. 2.3). Меньшие значения  $m$  и  $n$  в интервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, большие – по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Таблица 2.3

Параметры ошибок контроля, %

$A_\sigma$	$m$	$n$
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25



**Рис. 2.57.** Формирование распределения плотности вероятности  $f(x)$  ошибок контроля

### Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1. Краткую теоретическую часть.
2. Схематическое изображение или фотографию рентгеноспектрального микроанализатора с указанием основных его частей.
3. Краткое описание исследуемого образца.
4. Оценку результата измерительного контроля.
5. Выводы.

### Контрольные вопросы

1. Какие факторы учитывают правила обработки результатов многократных наблюдений?
2. Что называют испытанием продукции?
3. Что является целью испытания с метрологической точки зрения?
4. Какое понятие введено для оценки качества результата испытания?
5. Какой контроль называют измерительным контролем?
6. Какой контроль называют допусковым?
7. Что является необходимым условием измерительного контроля?
8. Что является целью измерения?
9. Что является результатом контроля?