



中核四〇四有限公司国外核科技文献翻译丛书

计量槽体积标定方法

主编 胡晓丹 丁戈龙 刘文彬



原子能出版社

中核四〇四有限公司国外核科技文献翻译丛书

计量槽体积标定方法

主编 胡晓丹 丁戈龙 刘文彬

常州大学图书馆藏
编译 张天祥 张彩云 任立
牛爱文 王树生
王玉荟 丁戈龙

原子能出版社

图书在版编目(CIP)数据

计量槽体积标定方法/胡晓丹,丁戈龙,刘文彬主编.

北京:原子能出版社,2010.1

ISBN 978-7-5022-4791-1

I. 计… II. ①胡…②丁…③刘… III. 槽—体积—计量
IV. TM303

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 011269 号

计量槽体积标定方法

总 编 辑 杨树录

责任编辑 卫广刚

责任校对 冯莲凤

责任印制 丁怀兰 潘玉玲

印 刷 中国文联印刷厂

出版发行 原子能出版社(北京市海淀区阜成路 43 号 100048)

经 销 全国新华书店

开 本 850 mm×1168 mm 1/32

印 张 3 字 数 82 千字

版 次 2010 年 1 月第 1 版 2010 年 1 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-5022-4791-1 定 价 28.00 元

网址: <http://www.aep.com.cn>

发行电话: 68452845

E-mail: atomep123@126.com

版权所有 侵权必究

中核四〇四有限公司
《国外核科技文献翻译丛书》

一、出版委员会

主 任 王俊峰

副主任 张天祥 姚守忠 胡晓丹 韩建平 李江颖 张燕春

二、编译委员会

主 编 胡晓丹 丁戈龙 刘文彬

成 员 (按姓氏笔划排序)

牛爱文	付云杉	代云水	任 立	刘学刚	孙小玉
孙银峰	宋崇立	张 伟	张彩云	陆文博	武成玉
贾娅敏	梁 勇	焦荣洲	蒙金红		

三、审校组成员 (按姓氏笔划排序)

王 邵	王玉荟	付云杉	代云水	任 立	刘秋生
孙志杰	孙银峰	宋崇立	张 伟	张 焰	李元洪
李嘉良	杨吉荣	陈海腾	南洁滨	胡丕显	贾瑞和
黄 勃	焦荣洲	韩秉魁	蒋建国		

四、编辑组成员 (按姓氏笔划排序)

王海峰	付云杉	代云水	田 甜	刘大伟	孙志杰
余东昌	张振兴	李连顺	杨 莉	杨吉荣	陈 亮
蒋建国					

总 序

核科技是一个相对年轻的专业科技领域,其起源和发展到现在不过百年历史。我国的核科技起步晚,发展快,有着广阔的市场发展潜力。随着我国大力发展核电,完善核燃料循环系统、加快推进后处理技术发展,我国核科技事业面临的前所未有的挑战。在新形势下,加强核科技交流与技术引进就显得尤为重要。

中核四〇四有限公司是我国体系最完整、规模最大的核工业联合企业,核科技在这里既有着广泛的应用,又有着巨大的需求。为了更好地借鉴先进技术,推动核科技事业的发展,中核四〇四有限公司核信息中心组织专业人员翻译了这套《国外核科技文献翻译丛书》(以下简称《丛书》)。这是一项重大的科技工程,我很赞成,也很高兴看到《丛书》的出版发行。

《丛书》致力于推介核工业的最新技术,翻译了大量美、英、俄等核科技发展和应用强国的专业文献,涉及专业广,有着很强的技术性和指导性;同时介绍了国际原子能机构发布的行业标准、政策等。《丛书》的出版对我国核工业科技工作者开阔眼界,探索新技术、新领域提供了有益的参考。

科学技术是第一生产力,科技的发展离不开交流与借鉴,相信这套《丛书》的出版必将为我国核科技事业的发展提供有力的支撑。在此,我向《丛书》的翻译者表示感谢,并向广大科技工作者推荐这套《丛书》。

潘自強

目 录

标定测量的不确定度估算(IAEA-SM-293/81)	 (1)
批间差异显著时体积标定测量的不确定度估算	 (17)
附件:计量槽体积标定与不确定度的估计	 (34)

标定测量的不确定度估算

(IAEA-SM-293/81)

A. M. LIEBETRAU¹, A. S. GOLDMAN²,
M. APARO³

1. 美国太平洋西北实验室; 2. 洛斯阿拉莫斯国家实验室;
3. 欧洲核能机构抗腐蚀剂实验室

摘要:依据中间贮槽体积与其液位测量值关系的标定方程, 可以测定出中间贮槽中的液体体积, 这个标定方程是根据一次或多次标定作业获取的数据建立的。本文就导出和使用标定方程时出现的两个统计问题提出解决方法。第一个是, 如果数据统计呈现显著的批间差异, 如何计算接近真实的方差估算值; 第二个是, 同时适用于任意次体积测定的置信区间的计算问题。当忽略统计上显著的批间差异, 并对数据应用标准的统计方法时, 最终方差估算值会严重低估于实际测量变异性。在推荐的估算程序中, 假定预测的新响应方差为两部分之和: 一部分是批间差异, 另一部分是拟合模型误差, 如何进行估算取决于拟合数据所需模型的性质(单一函数、平行函数或单另非平行函数)。响应方差分量采用这三种模型中一个来估算。就线性函数而言, 方差分量的估算值是从分析协方差时计算出的残差平方和推算出来的, 最后利用估算的标定方程确定出相应于观测液面高度的体积。这样, 置信区间应同时覆盖任意多个体积的测定。计算同步甄别区间的程序被提出来, 该程序使用上述 Scheffe 型同步预测区间计算出的方差估算值, 将同步

的预算区间与响应变量(液位)的容许区间结合起来确定方程,求解方程得到测定体积所需的甄别区间。

1 引言和概述

准确的体积测量是控制和衡算以液体形式贮存或处理核材料的一个必不可少的要求。根据中间贮槽体积与其液位测量值关系的标定方程,可以测定出中间贮槽中的液体体积。这个标定方程是根据一次或多次标定作业获取的数据建立的。每次标定测量时,仔细地把测量好的液体增量加入到容器中。这些体积测量值与观察到的对应液位值是推导标定方程的基本数据。实际上,液位通常是间接测得的,例如,通过压力测出。不过,为了方便,用“液位”这个术语表示对容器测量系统的响应。对 RITCEX 容器标定研究的详细讨论见 Franssen 报告^[1]。

本文对估算和后续使用标定函数期间频繁出现的两个问题提出了解决方法。第一个是,标定数据呈现统计上显著的批间差异时如何获取正确的方差估算值。在 RITCEX 数据的研究中, Sellinschegg 等人^[2]间接地提到了这个问题,但没有给出解决办法。第二个是,将液位作为响应变量时,如何计算体积测量的不确定度估算值。采用标准教科书中的结果来“解决”这个问题,得出的估算值通常不切合实际。

对于大多数标定系统,其液位和体积测量值都可以做得很精确,以至于批间差异可能由于受未加控制的周围环境条件影响,从统计学角度上说,比批内测量误差大得多。通常认为这些差异不显著时,可以忽略不计,并将所有标定的数据进行合并。但是,当忽略这些差异时,采用标准的统计方法会导致对测量变异估算的严重不足。第三节中,我们对刚才描述的情况提供了可接受的方差估算方法。就线性标定函数而言,这些方差估算值是以协方差分析部分(见参考文献[3]第 376 页实例)检验斜率、截距相等时计算的残差平方和为基

础的。类似地,可以计算出高次多项式标定方程的方差估算值(见参考文献[4]的实例)。

对于从体积测量精密度比液位测量精密度高的标定系统获取的标定数据而言,当把数据^①拟合成标定方程时,液位通常用作响应变量。但拟合的标定方程可以逆向使用,即由观测到的液位测量值计算出体积测量值。同样,通过反演模型拟合时的液位测量值,得到体积测量的不确定度估算值。第四节给出了构建和转换同步置信度的方法。本方法将第三节中提到的方差估算值和响应变量的容许区间与 Scheffe 型同步的预测区间结合了起来。

在确定标定函数之前,原始标定数据通常需要调整至一组标准条件(例如因为标定期间观测到的温度存在差异)。此外,数据可能需要“调整”,以补偿每次标定作业开始时容器中液体体积的误差,假定需要做的数据标准化都已事先完成。Sellinschegg 等人^[2]给出了需要进行数据调整的理由。最近, Jones^[6]对配备压力测量系统的容器的数据标准化进行了讨论, Goldman 和 Liebetrau 在文章^[7]中提出了数据调整和内部一致性检查的方法。

2 模型拟合和估算

第三节中给出的方差估算值是以本节讨论的模型拟合步骤导出的残差平方和为基础的。设 X_{ij} 是第 j 批 ($j=1,2,\dots,r$) 标定作业期间第 i 次加入容器的标定液体 ($i=1,2,\dots,n$) 增量时的标准化累积体积, 设 Y_{ij} 是对应的标准化液位。为了方便, 假定所有标定作业的体积增量相同。

当液位(Y)是响应变量, 体积(X)是控制变量时, 通过将标准化的标定数据拟合形如 $Y=f(X; \beta_0, \beta_1, \dots, \beta_k)$ 的方程, 估算出标定函数。假定经典的最小二乘回归法适合于估算未知参数 $\beta_0, \beta_1, \dots, \beta_k$,

① 应该注意 Carroll 和 Spiegelman^[5]有在这些环境条件下使用变量误差模型的实例。

且所有的测量误差均呈正态(高斯)分布。这些假设必须在每次标定操作中进行验证,但是,就作者熟悉的数据而言,这些假设似乎是合理的。几乎所有的实验人员只使用一次函数和二次函数,我们将注意力集中在这些情况上,并使用一次函数进行说明。

一般,使用适于各段的一阶或二阶多项式逐段估算标定函数。就我们的目的而言,由于没有必要区分特定的分段,因此,为简化符号,取消了对分段号的所有说明。

在协方差分析中,根据来自一定模型拟合步骤的残差平方和计算方差估算值,首先有必要选择待拟合模型的函数形式,或者一次函数或者二次函数。关于这类问题,读者可以参阅给出协方差分析公式的教科书(见参考文献[3]的实例)。

第一步:将每批标定操作的数据单独用已选择的函数模型进行拟合。用 $SSE(1)$ 表示相应的残差平方和。

第二步:将数据按“平行”函数进行拟合,每批标定作业对应一个函数。本文中,“平行”函数指的是除截距以外的其他所有系数由全体标定作业数据共同估算得出的函数。用 $SSE(2)$ 表示相应的残差平方和。用数据拟合平行函数时,差值 $D_1 = SSE(2) - SSE(1)$ 是相对于第一步骤增加的拟合不足的量度。

第三步:将所有标定作业数据拟合成一个单一函数。用 $SSE(3)$ 表示相应的残差平方和。将数据拟合单一函数时,差值 $D_2 = SSE(3) - SSE(2)$ 是相对于平行函数增加的拟合不足的量度。

与 $SSE(1)$ 、 $SSE(2)$ 、 $SSE(3)$ 相关的自由度分别是:

$$df(1) = r(n - k - 1)$$

$$df(2) = (n - 1)r - k = nr - (k + r)$$

$$df(3) = nr - (k + 1)$$

式中: r ——标定作业的批数;

n ——每批标定作业的数据对的个数;

k ——被拟合的多项式的阶数。

注:一次函数 $k=1$,二次函数 $k=2$,两种情况下待估参数的个数

都是 $k+1$ 。

统计量 T_1 [见式(1)] 可用于检验拟合数据充分满足平行函数的假设, 假设误差呈正态分布, 则 T_1 是具有参数 $df(2) - df(1) = k(r-1)$ 和 $df(1) = r(n-k-1)$ 的 F 分布。同样地, 如果确定拟合数据充分满足于平行函数, 也就是说, 如果 T_1 不显著, 则统计量 T_2 [见式(2)] 可用来检验拟合数据充分满足单一函数的假设, 在该假设下, 统计量 T_2 是具有参数 $df(3) - df(2) = r-1$ 和 $df(2) = rn - (k+r)$ 的 F 分布。统计量 T_1 和 T_2 的显著性用于确定下节中给出的方差估算值的形式。

$$T_1 = \left[\frac{SSE(2) - SSE(1)}{df(2) - df(1)} \right] \div \left[\frac{SSE(1)}{df(1)} \right] \quad (1)$$

$$T_2 = \left[\frac{SSE(3) - SSE(2)}{df(3) - df(2)} \right] \div \left[\frac{SSE(2)}{df(2)} \right] \quad (2)$$

3 方差估算值

3.1 准备工作

设 $Y_0 = \hat{f}(X_0; b_0, b_1, \dots, b_k)$ 是对应 $X = X_0$ 给定体积时预测的平均液位, 函数 $\hat{f}$ 是对所有标定作业的全部数据进行拟合得到的, $b_0, \dots, b_k$ 是 $\beta_0, \dots, \beta_k$ 的最小二乘法估算值。令 $X = X_0$, 某一待测液位测量值 Y 的方差计算式见式(3):

$$\sigma^2(Y | X_0) = \sigma_M^2(Y_0 | X_0) + \sigma_E^2(Y | X_0) \quad (3)$$

式中: σ_M^2 —— 由 $\hat{f}(X_0; b_0, b_1, \dots, b_k)$ 引起的方差;

σ_E^2 —— 随机(条件)变量 $Y | X_0$ 的方差。

线性最小二乘法回归模型见式(4):

$$\sigma^2(Y | X_0) = \sigma^2 \left[\frac{1}{nr} + \frac{(X_0 - \bar{X})^2}{S_2} \right] + \sigma^2 \quad (4)$$

式中: $S_2 = \sum_i \sum_j (X_{ij} - \bar{X})^2$

$$\bar{X} = \sum_i \sum_j X_{ij} / (nr)$$

在这种情况下,因为 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 与 X_0 无关,记 $\sigma_E^2(Y|X_0) = \sigma^2$, 方差 σ^2 通常用残差(“误差”)均方来估算,残差均方见式(5):

$$S^2 = \text{SSE}(3)/df(3) \quad (5)$$

高阶的多项式方程可以用类似于式(4)来表述。

如果从统计学角度不考虑标定数据是否存在显著的批间差异,常根据式(5)估算 $\sigma^2(Y|X_0)$,而结果将严重低估真实测量的变异性。

3.2 方差分量的估算

本节介绍了上述情况下的模型方差因子“纯误差” σ^2 和响应变量方差 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 的估算值,分别定义为 S^2 和 $S_E^2(Y|X_0)$,其取决于统计量 T_1 和 T_2 的显著性情况。分以下 3 种情况考虑:

情形 1: T_1 和 T_2 均不显著。这种情况下,全部标定数据拟合于单一函数。即批间差异并不显著地大于随机测量差异。

情形 2: 统计量 T_2 显著, T_1 不显著。这种情况下,全部标定数据拟合于平行函数,但不拟合于单一函数。即批间差异显著,这仅仅是因为截距的不同。

情形 3: 统计量 T_1 显著。在这种情况下,数据需要充分拟合于单另(非平行)函数,此情况下,批间差异显著的主要原因是各标定作业间的不对应性。

三种情形下 σ^2 的估算值、 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 及相应的自由度均在表 1 中列出。值得注意的是常见的最小二乘法估算值只在第一种情况下使用,此情况中批间差异不显著。

在第三种情形下,由于各批标定作业的标定线不平行,所以 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 取决于 X_0 ,这种依赖关系有如下的数据模型:首先, $X = \bar{X}$ 时,响应变量的方差 $\sigma_E^2(Y|\bar{X})$ 用式(6)估算:

$$\begin{aligned} S_E^2(Y|\bar{X}) &= \frac{1}{n} \left[\frac{\text{SSE}(2) - \text{SSE}(1)}{df(2) - df(1)} + \frac{\text{SSE}(3) - \text{SSE}(2)}{df(3) - df(2)} \right] \\ &= \frac{1}{n} (A + B) \end{aligned} \quad (6)$$

表 1 方差分量的估算值

情况	类型	方差估算值		自由度	
		S^2	$S_E^2(Y X_0)$	S^2	$S_E^2(Y X_0)$
1. T_1 不显著 T_2 不显著	单一函数	$\frac{SSE(3)}{df(3)}$	$\frac{SSE(3)}{df(3)}$	$rn-k-1$	$rn-k-1$
2. T_1 不显著 T_2 显著	平行函数	$\frac{SSE(2)}{df(2)}$	$\frac{SSE(3)-SSE(2)}{n[df(3)-df(2)]}$	$rn-(r+k)$	$r-1$
3. T_1 显著	每批一个 单另函数	$\frac{SSE(1)}{df(1)}$	$\frac{C^2}{n}(A+B)$	$r(n-2)$	$\frac{(A+B)^2}{\left[\frac{A^2}{df(A)}+\frac{B^2}{df(B)}\right]}$

注： $A=\frac{SSE(2)-SSE(1)}{df(2)-df(1)}$, $df(A)=(r-1)k$; $B=\frac{SSE(3)-SSE(2)}{df(3)-df(2)}$, $df(B)=r-1$;

C 是相应的标度因子(详见本文)。

其次, $X=X_0$ 时, 将此估算值与相应的标度因子相乘以便估算 $\sigma_E^2(Y|X_0)$, 所得估算值见式(7):

$$S_E^2(Y|X_0) = C^2 S_E^2(Y|\bar{X}) \quad (7)$$

最后, 应注意方程(6)中的 A 项和 B 项可能明显不同。因此, 采用 Satterthwaite 公式^[3]计算出式(7)中的自由度。即使 A 项和 B 项无很大差异, 本方法也能给出正确的自由度。遗憾的是, 标度因子的选择要反复尝试, 比如, 如果残差的标准偏差近似正比于体积值, 那么, $C=X_0/\bar{X}$ 就是合适的选择。

3.3 响应方差的估算

借助 σ^2 和 σ_E^2 的相应估算值, 根据式(2)进行类推可以估算出预测的液位测量值 Y 的方差, 见式(8):

$$S^2(Y|X_0) = S^2 \left[\frac{1}{nr} + \frac{(X_0 - \bar{X})^2}{S_2} \right] + S_E^2(Y|X_0) \quad (8)$$

式中: S^2 ——模型变异分量的“纯误差”因子;

S_E^2 ——响应变量 $Y|X_0$ 的方差。

除非根据情形 1 确定出估算值 S^2 和 $S_E^2(Y|X_0)$, 否则它们存在显著的不同。因此在情形 2 和情形 3 中, 对分量 S^2 和 $S_E^2(Y|X_0)$ 应用 Satterthwaite 公式估算出式(8)的自由度。对情形 2, 这两个估算值的自由度分别是 $nr - (r+k)$ 和 $(r-1)$, 对情形 3, 估算值 S^2 的自由度为 $r(n-2)$, 而 $S_E^2(Y|X_0)$ 的自由度则由 Satterthwaite 公式确定(详见表 1)。

式(8)中对 $S_E^2(Y|X_0)$ 的解释和式(3)中对 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 初始解释略有不同, 方差 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 最初解释为根据 Y 分布观察到的方差, 而式(8)中的估算值 $S_E^2(Y|X_0)$ 实质上是标定数据的批间方差的量度。对上述分量所作的最初解释仅适用于情形 1, 在这种情形下, 标定作业的批内差异和批间差异并没有显著不同, 为了强调这一点, 以下分别用符号 $S_R^2(Y|X_0)$ 和 $\sigma_R^2(Y|X_0)$ 替代 $S_E^2(Y|X_0)$ 和 $\sigma_E^2(Y|X_0)$ 。

3.4 例子

图 1 给出了一组调整过的标定数据的分布图, 分布图仅仅是全组的标定数据拟合直线后得到的残差图(每批标定作业的残差与 X 间的关系曲线)。因此, 分布图清楚地给出了标定函数的形状(分布)。图 1 明显地显示出, 第一次标定操作得到的残差比其他三次标定操作得到的残差小, 第一次标定操作和其他三次标定操作的残差不同的主要原因是标定时的不一致。

更进一步仔细检查残差后, 确定对数据拟合在三个主要分段上, 这三个分段包含的增量分别为 $8 \sim 28$ (约 $30 \sim 110$ L)、 $29 \sim 38$ (约 $114 \sim 150$ L) 和 $39 \sim 53$ (约 $150 \sim 208$ L)。其中前两个分段用线性函数拟合, 但第三个分段需要用二次多项式拟合, 由这些分段拟合得到的残差和其他多个较小分段(本文未作讨论)拟合得到的残差见图 2 所示。由图 1 可见, 第一次标定操作得到的残差明显地偏离其他标定作业得到的残差。图 2 还给出了采用前一节中的方法导出的各个测量值的置信限值; 第一个分段的计算细节将在下文中给出。V 形

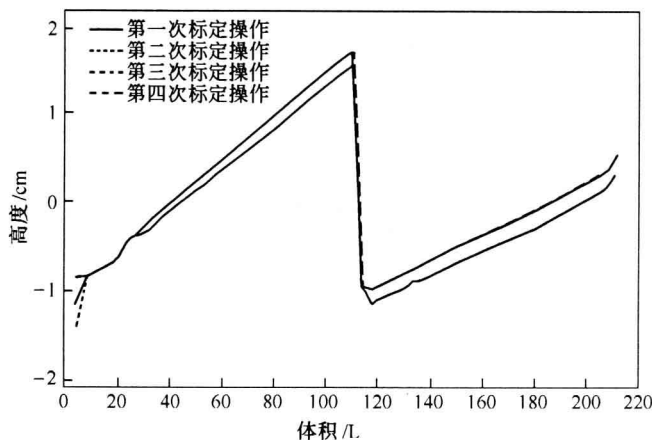


图 1 液位高度测量值的分布曲线

包络线给了我们该容器的计算准确性标准。

就由增量 8~28 构成的分段而言,表 2 中给出了由第二节确定的残差平方和的数值。对于这些数据,式(1)和式(2)的值分别为 $T_1 = 101.33$, $T_2 = 1\,067.42$ 。由于 T_1 很大,因此表 1 中所示情形 3 的估算值是合适的,为了说明这一点,以平均值 $(\bar{Y}, \bar{X})$ 计算方差估算值,随机测量方差的估算值见式(9):

$$S^2 = 0.003\,330\,3/76 = 0.000\,043\,8 \quad (9)$$

表 2 由增量 8~28 构成的分段的平方(SSE)和自由度(df)

模型	SSE	df
每批一个单另函数	$SSE(1)=0.003\,330\,3$	$df(1)=76$
平行函数	$SSE(2)=0.016\,650\,3$	$df(2)=79$
所有标定作业的单一函数	$SSE(3)=0.283\,968\,9$	$df(3)=82$

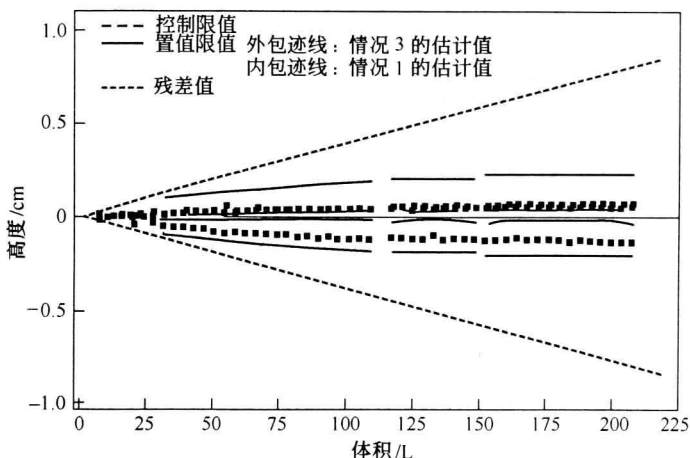


图 2 控制限值、置信限值和拟合标定函数得到的残差

批间差异的估算值见式(10)：

$$S_R^2(\bar{Y} | \bar{X}) = \frac{1}{21} \left[\frac{0.016\ 650\ 3 - 0.003\ 330\ 3}{3} \right] + \left[\frac{0.283\ 968\ 9 - 0.016\ 650\ 3}{3} \right] = 0.004\ 454\ 6 \quad (10)$$

由 Satterthwaite 公式计算出 $S_R^2(\bar{Y} | \bar{X})$ 的自由度是 3.30。将式(9)和式(10)代入式(8)得到式(11)：

$$S^2(\bar{Y} | \bar{X}) = 0.000\ 043\ 8 \left(\frac{1}{84} \right) + 0.004\ 454\ 6 = 0.004\ 455 \quad (11)$$

计算得出 $S^2(\bar{Y} | \bar{X})$ 的自由度为 3.36。C=X/ $\bar{X}$ 时,由式(8)、式(9)和式(10)计算出的 90%置信限值的外包络线见图 2。

如果批间差异忽略不计,并且用(不正确地)情况 1 的估算值来计算 $S^2(\bar{Y} | \bar{X})$,其结果见式(12),与此对应的自由度为 82。