



СТАТИСТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

О. Г. Мухамеджанова, Л. Р. Сатлыкова

Мухамеджанова Ольга Габитовна, кандидат технических наук, доцент, инженер по стандартизации Института комплексной безопасности в строительстве (ИКБС НИУ МГСУ), доцент кафедры «Комплексная безопасность в строительстве», Московский государственный строительный университет («НИУ МГСУ»), г. Москва, Российская Федерация, тел. +7(495) доб. 287-49-14, доб. 30-66; e-mail: MuhamedjanovaOG@mgsu.ru;

Сатлыкова Лиана Равильевна, студент, Московский государственный строительный университет («НИУ МГСУ»), г. Москва, Российская Федерация, тел. +7(495) доб. 287-49-14, доб. 30-66; e-mail: SatlykovaLR@mgsu.ru

В статье представлена статистическая обработка результатов испытаний массовой доли хлор-иона (Cl), полученных от двух аккредитованных испытательных лабораторий. Этапы статистической обработки результатов межлабораторных сличительных испытаний – исключение грубых погрешностей, определение однородности выборки, расчет приписанного значения, оценивание качества результатов измерений. Расчет приписанного значения определяется на основе согласованного значения результатов участников МСИ робастным методом. Качество результатов данных лабораторий являются удовлетворительными и не требуют корректирующих мероприятий. Данные результаты оценки качества испытаний могут быть использованы для организаторов межлабораторных испытаний, а также для аккредитованных лабораторий, которые проводят проверку своей квалификации.

Ключевые слова: межлабораторные сличительные испытания, статистическая обработка результатов межлабораторных сличительных испытаний, робастный метод, приписанное значение, погрешность измерений, выброс, стандартное отклонение для оценки квалификации.

STATISTICAL ANALYSIS DURING INTERLABORATORY COMPARISON TESTS

O. G. Mukhamedzhanova, L. R. Satlykova

Mukhamedzhanova Olga Gabitovna, Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Standardization Engineer of the Institute of Integrated Safety in Construction, Associate Professor of the Department "Integrated Safety in Construction", Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russian Federation, phone: +7(495) 287-49-14, ext. 30-66; e-mail: MuhamedjanovaOG@mgsu.ru;

Satlykova Liana Ravilyevna, student, Moscow State University of Civil Engineering, Moscow, Russian Federation, phone: +7(495)287-49-14, ext. 30-66; e-mail: SatlykovaLR@mgsu.ru

In the present paper, the authors presented statistical processing of experimental data for chlorine-ion weight percent received from two certified laboratories. The stages of statistical processing of experimental data obtained for interlaboratory comparative test are the following: to exclude rough inaccuracies, to determine uniformity of data sampling, the estimate the assigned value, and to assess the quality of test results. The calculation of the assigned value is determined on the basis of the agreed value of the results of the ISI participants by the robust method. The given results of evaluation of the test quality could be used by the organizers of interlaboratory tests as well as by the accredited laboratories, which implement comparative tests.

Keywords: interlaboratory comparison, proficiency testing, robust method, assigned value, measurement error or inaccuracies, outlier, standard deviation for proficiency assessment.

Одной из основных целей деятельности испытательных лабораторий является предоставление заказчику достоверных и точных результатов. Обеспечение достоверности результатов в испытательной лаборатории производится с помощью проведения всестороннего внутреннего и внешнего контроля качества своей деятельности. Внутренний контроль качества предполагает проведение внутрилабораторных испытаний, калибровку оборудования с помощью использования стандартных образцов и т. д. Внешний контроль – это проверка квалификации путем проведения межлабораторных сличительных испытаний (МСИ) [1-5, 14].

В соответствии с политикой Росаккредитации России межлабораторные сличительные испытания должны проводить провайдеры, аккредитованные на испытания по определенным

видам продукции, однако в настоящее время не существует аккредитованных провайдеров по межлабораторным испытаниям строительных материалов, изделий, конструкций. Поэтому межлабораторные сличительные испытания проводятся или между испытательными лабораториями, где провайдером выступает одна из лабораторий или организация, которая берет на себя функции провайдера МСИ. Проведение межлабораторных сличительных испытаний состоит из следующих этапов: отбор образцов и подготовка задания, программы МСИ, шифрование образцов, отправка образцов на испытания испытательным лабораториям и их испытания в соответствии с соответствующей методикой. Отправка отчетов по испытаниям организатору МСИ, который проводит обработку полученных испытаний с помощью статистических методов.

Одним из ответственных этапов МСИ является правильная и достоверная обработка результатов испытаний, полученных от испытательных лабораторий [5–11, 18–19].

Целью исследования являлась статистическая обработка данных по результатам проведения межлабораторных сличительных испытаний.

Для реализации поставленной цели решались следующие задачи:

- описание основных этапов статистической обработки данных результатов межлабораторных сличительных испытаний;
- определение приписанного значения на основе согласованного значения участников
- вычисление приписанного значения с помощью различных методов;
- анализ критериев оценки работы лабораторий.

Статистическая обработка результатов межлабораторных сличительных испытаний проводилась по ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015). Этапы проведения статистической обработки результатов МСИ – проверка наличия резкоотклоняющихся значений, определение однородности выборки, расчет приписанного значения, оценивание качества результатов измерений (рис. 1).

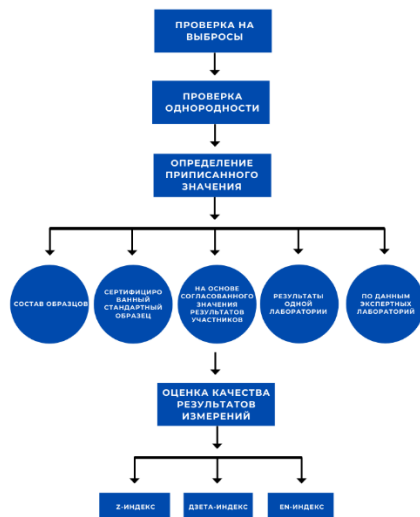


Рис. 1. Этапы проведения статистической обработки результатов МСИ

Первым этапом проведения обработки результатов МСИ является проверка выборок на наличие выбросов (промахов) по критерию Граббса. Для этого необходимо рассчитать критерий Граббса G_1 по максимальному и G_2 минимальному значениям по следующим формулам:

$$G_1 = \frac{|x_{\max} - \bar{x}|}{s}, \quad (1)$$

$$G_2 = \frac{|\bar{x} - x_{\min}|}{s}, \quad (2)$$

где \bar{x} – среднеарифметическое значение; x_{\max} , x_{\min} – максимальное, минимальное значение в ряду измерений; S – среднеквадратическое отклонение.

Сравнивают G_1 и G_2 с табличным значением G_T , которое зависит от количества испытаний n и доверительной вероятности P_d . Если $G_1 \leq G_T$, то x_{\max} не считают промахом и сохраняют в ряду

результатов измерений. Если $G_1 > G_T$, то x_{\max} исключают как маловероятное значение и вновь вычисляют среднее арифметическое и среднеквадратическое отклонение и процедуру проверки наличия промахов повторяют до тех пор, пока не будет выполняться неравенство $G_1 \leq G_T$. По такому же расчету проверяется критерий Граббса по минимальному значению G_2 [13].

Вторым этапом проведения статистической обработки данных является определение однородности выборки с помощью критериев Фишера для однородности среднеквадратических отклонений и Стьюдента – однородности средних значений. Для этого необходимо рассчитать расчетное значение критериев Фишера и Стьюдента по следующим формулам:

$$t_3 = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{Gx_1^2 - Gx_2^2}} \times \sqrt{n}, \quad (3)$$

$$F_3 = \frac{Gx_1^2}{Gx_2^2} \times x, \quad (4)$$

где $n = n_1 = n_2$ – число частных значений переменной по выборке; \bar{X}_1 – среднее значение переменной по первой выборке данных; \bar{X}_2 – среднее значение переменной по второй выборке данных; Gx_1^2 и Gx_2^2 – показатели отклонений частных значений из двух сравниваемых выборок от соответствующих им средних величин.

Сравнивают t_3 и F_3 с табличными значениями t_T и F_T , которые зависят от количества испытаний n и доверительной вероятности P_d . Если теоретическое значение больше расчетного $F_T > F_3$ и $t_T > t_3$, то гипотеза о равенстве дисперсий и средних значений в проверяемых сериях не отвергается. В этом случае предполагается, что рассеивание результатов в пределах каждой серии и между сериями, выполняемыми в одинаковых условиях, отражает только случайные погрешности.

На третьем этапе определяется приписанное значение x_{pt} . Приписанное значение x_{pt} – это значение, приписываемое конкретному свойству образца для проверки квалификации. Приписанное значение определяется по следующим методам: составу материала образцов; сертифицированному стандартному образцу; результатам одной лаборатории; согласованному значению по данным экспертной лаборатории; на основе согласованного значения результатов участников МСИ, которое будет рассмотрено в данной статье.

Метод определения приписанного значения на основе согласованного значения результатов участников МСИ определяется робастным анализом вычисления среднего арифметического и стандартного отклонения результатов измерений всех лабораторий, участвующих в данных испытаниях. Существуют простые робастные

методы по алгоритму А с итеративной шкалой, алгоритму S. Сложные методы для вычисления робастной оценки Q-метод, оценка Хампеля, Q/Хампеля [16–17].

Для определения приписанного значения использовался робастный метод по алгоритму А, так как данный метод является простым в расчетах и применяется при небольшом количестве участников МСИ.

Определение приписанного значения x_{pt} по алгоритму А с итеративным расчетом представлен на рисунке 2.



Рис. 2. Расчет приписанного значения по алгоритму А с итеративной шкалой

На четвертом этапе проводится оценивание качества результатов измерений. На данном этапе производится сопоставление отклонений результатов измерений участника с полученным приписанным значением. Это сравнение выполняют с помощью стандартизованных методов (z-индексы, дзета-индекс, E_n-индексы). Оценка результатов участников проводилась по z-индексу, потому что приписанное значение сравнивается со стандартным отклонением участников проверки квалификации. В других методах оценки в качестве сравнения с прописанным значением берется суммарная стандартной неопределенность результата каждого участника МСИ.

Z-индексы для результата проверки квалификации x^* вычисляют по следующей формуле:

$$Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}, \quad (5)$$

где x_{pt} – приписанное значение; σ_{pt} – стандартное отклонение для оценки квалификации.

Стандартное отклонение для оценки квалификации σ_{pt} определяется по формуле:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \times \left(1 - \frac{1}{n}\right)}, \quad (6)$$

где σ_R – стандартное отклонение воспроизводимости; σ_r – стандартное отклонение повторяемости; n – количество измерений каждого участника МСИ.

В соответствии с ГОСТ 5382-2019 «Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа» стандартное отклонение повторяемости (σ_r) рассчитывается по формуле:

$$\sigma_r = 0,866 \times \bar{R}, \quad (7)$$

где \bar{R} – средний размах по всем параллельным испытаниям.

Стандартное отклонение воспроизводимости результатов измерений (σ_R) в условиях воспроизводимости по формуле:

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (8)$$

где x_i – результат i – анализа; \bar{x} – средний результат анализа по всем данным; n – число анализов (не менее 20).

Оценка полученных значений от испытательных лабораторий по Z-индексу следующая:

- результат считают приемлемым, если $|z| \leq 2,0$;
- результат находится в зоне предупреждения (сигнал предупреждения), если $2,0 < |z| < 3,0$;
- результат считают неприемлемым (сигнал к действиям), если $|z| \geq 3$.

Значение Z-индекса более 2,0 подразумевает необходимость проведения анализа возможных причин происходящего, а значение индекса равное 3,0 – выполнения корректирующих действий.

В межлабораторных сличительных испытаниях участвовали две испытательные лаборатории, измерения проводились по ГОСТ 5382-2019 «Цементы и материалы цементного производства. Методы химического анализа» фототурбидиметрическим методом. Определялась массовая доля хлор-иона в образцах цемента. Результаты испытаний массовой доли хлор-иона (Cl) представлены в таблице.

Таблица

Результаты статистической обработки испытаний массовой доли хлор-иона в образцах цемента межлабораторных сличительных испытаний

№ п/п	Массовая доля хлор-иона (Cl),%		Приписанное значение			
	ИЛ-1	ИЛ-2	Массовой доля хлор-иона (Cl) 1 итерация		Массовой доля хлор-иона (Cl) 2 итерация	
1	0,0164	0,0153	0,0153	0,0165	0,0153	0,0165
2	0,0164	0,0167	0,0156	0,0165	0,0156	0,0165
3	0,0164	0,0181	0,0156	0,0165	0,0156	0,0165
4	0,0165	0,0177	0,0156	0,0165	0,0156	0,0165
5	0,0163	0,0156	0,0157	0,0165	0,0157	0,0165

Продолжение таблицы

№ п/п	Массовая доля хлор-иона (Cl),%		Приписанное значение			
	ИЛ-1	ИЛ-2	Массовой доля хлор-иона (Cl) 1 итерация		Массовой доля хлор-иона (Cl) 2 итерация	
6	0,0165	0,0177	0,0160	0,0165	0,0160	0,0165
7	0,0166	0,0184	0,0162	0,0166	0,0162	0,0166
8	0,0165	0,0175	0,0163	0,0166	0,0163	0,0166
9	0,0164	0,0176	0,0163	0,0166	0,0163	0,0166
10	0,0163	0,0166	0,0163	0,0167	0,0163	0,0167
11	0,0165	0,0156	0,0164	0,0175	0,0164	0,0175
12	0,0164	0,0177	0,0164	0,0176	0,0164	0,0176
13	0,0165	0,0156	0,0164	0,0176	0,0164	0,0176
14	0,0165	0,0162	0,0164	0,0177	0,0164	0,0177
15	0,0163	0,0177	0,0164	0,0177	0,0164	0,0177
16	0,0164	0,0157	0,0164	0,0177	0,0164	0,0177
17	0,0165	0,0188	0,0164	0,0177	0,0164	0,0177
18	0,0165	0,0176	0,0165	0,0181	0,0165	0,0181
19	0,0166	0,0165	0,0165	0,0184	0,0165	0,0184
20	0,0164	0,0160	0,0165	0,0188	0,0165	0,0188
\bar{X}	0,0164	0,0169	x^*	0,0165	x^*	0,0165
S	0,000089	0,001069	S^*	0,0034	S^*	0,0034
G_1	2,2472	1,7774	φ	0,0031	φ	0,0031
G_2	1,1236	1,4967	$x^* - \varphi$	0,0114	$x^* - \varphi$	0,0114
G_T	2,7090					
F_3	2,33	2,38	$x^* + \varphi$	0,0216	$x^* + \varphi$	0,0216
F_T	2,38					
t_3	0,83	x^*	0,0165	x^*	0,0165	
t_T	2,09	S^*	0,0007	S^*	0,0007	
№ лаборатории			σ_r	σ_R	σ_{pt}	Z_i
1			0,005	0,0001	0,000088	1,136
2			0,005	0,0011	0,001092	0,366

Результаты измерений, полученные участниками МСИ, были проверены на наличие резко отклоняющихся значений по критерию Граббса. По первой лаборатории критерий Граббса $G_1 = 2,2472$; $G_2 = 1,1236 \leq G_T = 2,7090$, следовательно X_{max} , X_{min} не являются промахами; по второй лаборатории G_1 ; $G_2 \leq G_T = 2,7090$, поэтому X_{max} , X_{min} не являются промахами. В представленных результатах испытаний массовой доли хлор-иона двух лабораторий отсутствуют грубые погрешности.

Проверка однородности средних значений и среднеквадратических отклонений, полученных от двух лабораторий, осуществлялась с помощью критериев Стьюдента и Фишера (табл.). Выполняются следующие неравенства: расчетное значение критерия Стьюдента $t_3 = 0,83 < t_T = 2,09$, расчетное значение критерия Фишера $F_3 = 2,33 < F_T = 2,38$, следовательно среднеквадратические отклонения и средние значения в проверяемых сериях испытаний равны между собой. Результаты двух выборок являются однородными и согласованными, поэтому они объединяются для расчета приписанного значения робастным методом.

Приписанное значение определялось робастным методом в соответствии с алгоритмом А итеративным расчетом. Результаты обработки приписанного значения массовой доли хлор-иона в образцах цемента приведены в таблице. Из таблицы 1 видно, что по 1 и 2 итерации $x^* = 0,0165 \%$, $S^* = 0,0034 \%$ равны между собой, следовательно, приписанное значение $x_{pt} = 0,0165 \%$.

Качество результатов измерений, полученных участниками МСИ, оценивается по величине z-индекса, который рассчитывается для каждой лаборатории (табл.). Для первой лаборатории Z-индекс₁

$= 1,136$, для второй лаборатории Z-индекс₂ $= 0,366$. Из результатов видно, что Z-индекс по двум лабораториям меньше 2,0, следовательно, результат по определению массовой доли хлор-иона в образцах цемента данных лабораторий является приемлемым. Качество результатов измерений данных лабораторий по фототурбидиметрическому методу химического анализа является удовлетворительным. Если величина Z-индекса по отдельным лабораториям получилась более 2,0 или 3,0, тогда данные результаты считаются неудовлетворительными (в зоне предупреждения) и это подразумевает необходимость проведения анализа возможных причин происходящего и выполнения корректирующих мероприятий.

1. Этапы статистической обработки результатов испытаний массовой доли хлор-иона (Cl) - удаление грубых погрешностей, определение однородности выборки, расчет приписанного значения, оценивание качества результатов измерений. Проверка выборок показала: отсутствие грубых погрешностей по критерию Граббса, согласованность средних и среднеквадратических отклонений по критерию Стьюдента и Фишера.

2. Приписанное значение определялось на основе согласованного значения результатов участников МСИ и рассчитывалось робастным методом по алгоритму А с итеративным расчетом. Приписанное значение массовой доли хлор-иона в образцах цемента $x_{pt} = 0,0165 \%$.

3. Оценка качества результатов испытаний массовой доли хлор-иона двух лабораторий проводилось по величине z-индекса. Для первой лаборатории Z-индекс₁ $= 1,136$, для второй лаборатории Z-индекс₂ $= 0,366$, так как $|Z\text{-индекс}_{1,2}| \leq 2,0$,

результаты лабораторий являются приемлемыми. Качество результатов данных лабораторий по фототурбидиметрическому методу химического анализа являются удовлетворительными и не требуют корректирующих мероприятий.

4. Приведенные расчеты по статистической обработке результатов участников межлабораторных сличительных испытаний могут быть использованы для организаторов межлабораторных испытаний, а также для аккредитованных лабораторий, которые проводят проверку квалификации.

Список литературы

1. Дручинин А.П., Евлашкин А.А., Богатырев А. А.О применении межлабораторных сравнительных (сличительных) испытаний. Журнал Компетентность, № 7, 2019, с. 40–43.
2. Матвеева А., Ежак Б., Войда Б. Международная оценка компетентности лабораторий. Журнал контроль качества продукции, № 6, 2019, с. 26–30.
3. Цифровая платформа «Программы проверки квалификации лабораторий» Национальной системы аккредитации. Журнал Контроль качества продукции, № 1, 2020, с. 12–15.
4. Бессонов Ю.С. Межлабораторные сличения в калибровочных лабораториях состояние и перспективы. Журнал Законодательная и прикладная метрология, № 3, 2017, с. 14–17.
5. Шепелева В.И. Аккредитация производителей СО и провайдеров МСИ. Требования APLAC и ILAC Журнал Контроль качества продукции, № 6, 2017, с. 37–39.
6. Максудян Л.П., Разикова Н.В. Методология выбора методик испытаний и измерений – инструмент обеспечения безопасности и качества продукции. Журнал Контроль качества продукции, № 8, 2018, с. 5–12.
7. Кривов А.С., Смирнова Е.А. Межлабораторные сличения как способ контроля качества метрологических работ. Журнал Приборы, № 2, 2019, с. 8–13.
8. Моисеев А.А. Статистический анализ компетентности при межлабораторных испытаниях. Журнал Моделирование, оптимизация и информационные технологии, № 1, 2017, с. 6.
9. Гергель Н.И., Селезнева И.А., Воронкова Е.Е. Внешняя оценка качества, Книга Контроль качества лабораторных исследований, 2011, с. 38–46.
10. Кривова А., Смирнова Е., Бондин К., Николаев П. Необходимость межлабораторных сличений в современной метрологии. Журнал Электроника, наука, технология, бизнес, № 2, 2019, с. 58–65.
11. Васильев Ю.Э. Автоматизация и управление результатами межлабораторных сравнительных испытаний прочности цементобетона. Журнал Качество, инновации, образование, № 10, 2011, с. 65–72.
12. Быкова М.С., Глинкин Д.М., Устюгов П.И., Попова Т.А., Лучина Е.Н., Недошоп Е.Ю. Обеспечение контроля качества цемента на предприятиях SLK CEMENT. Журнал Цемент и его применение, № 6, 2020, с. 48–55.
13. Robust Statistics» Peter J. Huber.
14. Robust Statistics» Ricardo Maronna A., Matías Salibián-Barrera, R. Martin Douglas, Victor Yohai J.
15. Robust Estimation and Testing» Robert Staudte G., Simon Sheather J.
16. The New International System of Units (SI)» Ernst O. Göbel, Uwe Siegner
17. Vovk, G. E. P., & Anderson, S. L. (1955). Permutation theory in the derivation of robust criteria and the study of departures from assumptions. Journal of the Royal Statistical Society, 17, с. 1–34.
18. Н.А. Страхова, Б.Б. Утегенов, Б.Н. Тулепбергенов, Н.А. Белова, А.М. Кокорева, Л.П. Кортовенко Модифицированные композиционные материалы для строительства дорог / Инженерно-строительный журнал/Астраханский государственный архитектурно-строительный университет. Астрахань: ГАОУ АО ВО «АГАСУ», 2020, № 4 (34), с. 37–43.
19. А.Г. Зима Экологичность конструкционных строительных материалов / Инженерно-строительный журнал/Астраханский государственный архитектурно-строительный университет. Астрахань: ГАОУ АО ВО «АГАСУ», 2020, № 2 (32), с. 40–49.

© О. Г. Мухамеджанова, Л. Р. Сатлыкова

Ссылка для цитирования:

Мухамеджанова О. Г., Сатлыкова Л. Р. Статистический анализ при проведении межлабораторных сличительных испытаний // Инженерно-строительный вестник Прикаспия / Астраханский государственный архитектурно-строительный университет. Астрахань : ГАОУ АО ВО «АГАСУ», 2022. № 2 (40). С. 94–98.

УДК 711.4:504

DOI 10.52684/2312-3702-2022-40-2-98-103

ПОДХОДЫ К СБОРУ ИНФОРМАЦИИ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ МОДЕЛИ ЗНАНИЙ ВИЗУАЛЬНОЙ ЭКОЛОГИИ

И. А. Дубов, Н. М. Рашевский, К. Д. Янин, П. Ю. Галянина

Дубов Игорь Александрович, магистрант, Институт архитектуры и строительства Волгоградского государственного технического университета, г. Волгоград, Российская Федерация, тел.: +7(988)020-62-23; e-mail: dubov_i_architect@mail.ru;

Рашевский Николай Михайлович, кандидат технических наук, доцент кафедры цифровых технологий в урбанистике, архитектуре и строительстве, Институт архитектуры и строительства Волгоградского государственного технического университета, г. Волгоград, Российская Федерация, тел.: +7(903)478-27-58; e-mail: rashevsky.n@gmail.com;

Янин Кирилл Дмитриевич, кандидат философских наук, доцент кафедры философии, социологии и психологии, Институт архитектуры и строительства Волгоградского государственного университета, г. Волгоград, Российская Федерация, тел.: +7(988)964-01-20, e-mail: yshamana3ryki@mail.ru;

Галянина Полина Юрьевна, магистрант, Волгоградский государственный технический университет, г. Волгоград, Российская Федерация, тел.: +7(961)675-93-55; e-mail: galyaninap@gmail.com