

МЕТОДОЛОГИЈА АНАЛИЗЕ РЕЗУЛТАТА МЕЋУЛАБОРАТОРИЈСКИХ ИСПИТИВАЊА

Татјана Чуровић¹, дипл. грађ. инж.
др Горан Младеновић², дипл. грађ. инж.
Радојица Милићевић¹, дипл. грађ. инж.

Научни рад

Резиме: У раду је приказан поступак анализе резултата међулабораторијског упоредног испитивања у складу са стандардом ISO 5725. Посебно су обрађени методологија за вредновање рада појединих лабораторија преко одређивања критичног интервала и коефицијента одступања Z , као и одређивање поновљивости и репродуцибилности преко дефинисања и графичке представе Менделових параметара „ h “ и „ k “ и одређивања статистике Кошрановог теста „ C “. Поступак је илустрован на анализи резултата међулабораторијског упоредног испитивања карактеристика асфалтних мешавина, у коме су учествовале 4 акредитоване лабораторије, а иницијатор је била Лабораторија за путеве и геотехнику Института ИМС у Београду.

Кључне речи: међулабораторијско упоредно испитивање, поновљивост, репродуцибилност, Менделови параметри, Кошранов тест, асфалтна мешавина.

THE METHODOLOGY OF ANALYSIS REGARDING THE RESULTS OF INTER- LABORATORY TESTING

Tatjana Čurović, B.Sc. CE
Goran Mladenović, Ph.D., M.Sc., B.Sc. CE
Radojica Milićević, B.Sc. CE

Scientific Paper

Abstract: The paper presents the analysis of results of inter-laboratory proficiency tests performed in accordance with standard ISO 5725. The methodology for evaluation of each individual laboratory through definition of critical interval and deviation coefficient Z is presented together with methodology for determination of repeatability and reproducibility through calculation and graphical presentation of Mendel's parameters „ h “ i „ k “ and statistics of Cochran's test „ C “. The approach is illustrated through analysis of results of

¹ Институт за испитивање материјала,
Булевар војводе Мишића 43, Београд

² Грађевински факултет Универзитета у Београду

interlaboratory testing for evaluation of characteristics of asphalt mixes in which 4 accredited laboratories have participated and which was initiated by the Laboratory for roads and geotechnics of the IMS Institute.

Key words: *interlaboratory proficiency study, repeatability, reproducibility, Mendel's parameters, Cochran's test, asphalt mix*

УВОД

У циљу обезбеђења квалитета својих услуга лабораторије за испитивање стално настоје да осигурају квалитет опреме, поступака и способности особља. Без обзира како пажљиво спроводе ове интерне процедуре, систематска одступања често пролазе неопажено. Због тога је важно да се редовно пореде њихови резултати мерења са другим лабораторијама, учешћем у програмима међулабораторијског поређења.

Учествовање у међулабораторијским упоредним испитивањима су изричита препорука стандарда квалитета ISO/IEC 17025 и један од кључних критеријума за акредитацију лабораторија, али такође и витална инвестиција у поузданост, сигурност и поверење.

Према дефиницији из SRPS ISO/IEC Uputstva 43 међулабораторијско упоредно испитивање представља организацију, извођење и вредновање испитивања над истим или сличним предметима испитивања од стране две или више различитих лабораторија за испитивање у складу са претходно утврђеним условима.

Применом одређених статистичких поступака резултати добијени у међулабораторијском поређењу трансформишу се у статистичке величине које омогућавају лабораторијама учесницама, као и другим заинтересованим странама једноставно разматрање.

МЕТОДОЛОГИЈА

Вредновање квалитета рада лабораторија учесница врши се:

- утврђивањем индивидуалних оспособљености запослених у лабораторији на основу провере прихватљивости резултата испитне методе преко критичног интервала $CR_{0,95}$;
- утврђивањем оспособљености појединачних лабораторија за одређене врсте испитивања на основу добијених вредности коефицијената одступања (Z) према дефинисаним критеријумима и то:

$Z \leq 2$ – лабораторија је оспособљена да врши одређену врсту испитивања,

$2 < Z < 3$ – дискутабилна је оспособљеност лабораторије да врши одређену врсту испитивања,

$Z \geq 3$ – лабораторија није оспособљена да врши одређену врсту испитивања,

при чему је:

$$Z_i = \frac{X_{isr} - X_{SR}}{S_R} - \text{коэффициент одступања}$$

X_{isr} – средња вредност резултата i -те лабораторије,

X_{SR} – општа средња вредност,

S_R – процена стандардне девијације под условима репродукцибилности.

Метода за проверу прихватљивости резултата испитивања добијених под условима поновљивости и репродукцибилности заснива се на поређењу опсега ($X_{\max} - X_{\min}$) резултата испитивања са критичним интервалом $CR_{0.95}$ израчунатим из табеле 1, за одговарајућу вредност n . Ако опсег не превазилази критични интервал, тада се аритметичка средина од свих n резултата испитивања сматра прихватљивим резултатом мерења.

$CR_{0.95} = f(n) \cdot S_{(r \text{ III } R)}$ – критични интервал, где је:

n – број испитивања

$f(n)$ – фактор критичног опсега

$S_{(r \text{ III } R)}$ – процена стандардне девијације под условима поновљивости, односно репродукцибилности.

Табела 1. Фактори критичног опсега, $f(n)$ [3]

n	f(n)	n	f(n)	n	f(n)	n	f(n)
2	2.8	8	4.3	14	4.7	20	5.0
3	3.3	9	4.4	15	4.8	21	5.0
4	3.6	10	4.5	16	4.8	22	5.1
5	3.9	11	4.6	17	4.9	23	5.1
6	4.0	12	4.6	18	4.9	24	5.1
7	4.2	13	4.7	19	5.0	25	5.1

ОДРЕЂИВАЊЕ ПОНОВЉИВОСТИ И РЕПРОДУЦИБИЛНОСТИ СТАНДАРДНЕ МЕТОДЕ МЕРЕЊА ПРЕМА ISO 5725 [2]

У циљу добијања параметара испитне методе, на основу којих се вреднује квалитет рада лабораторије, потребно је одредити стандардне девијације у условима поновљивости и репродукцибилности. С обзиром да у пракси тачне вредности ових стандардних девијација нису познате, замењују се проценама вредности прецизности заснованим на релативно малом

узорку од свих резултата испитивања, при чему се добија:

- Процена стандардне девијације под условима поновљивости S_r .
- Процена стандардне девијације под условима репродукцибилности S_R .

Након прикупљених резултата испитивања из свих лабораторија учесница у међулабораторијском испитивању, врши се анализа података ради идентификовања и третирања усамљених вредности или других нерегуларности применом одговарајућих статистичких тестова.

Приликом разматрања резултата у погледу доследности примењују се два приступа:

- а) графички поступак испитивања доследности,
- б) нумерички тестови усамљених вредности.

За графички поступак испитивања доследности користе се две мере које се називају Манделова „ h “ и „ k “ статистика. Поред тога што добро описују променљивост методе мерења, ове мере помажу и у вредновању лабораторија.

Манделова „ h “ статистика представља статистику међулабораторијске доследности помоћу које се уочавају одступања средњих вредности резултата испитивања појединачних лабораторија у односу на свеукупну средњу вредност.

Манделова „ k “ статистика представља статистику унутарлабораторијске доследности помоћу чијих вредности се упоређују нивои поновљивости лабораторија.

Вредности „ h “ и „ k “ се срачунавају према следећим формулама:

$$h_i = \frac{X_{isr} - X_{SR}}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p (X_{isr} - X_{SR})^2}}, \quad k_i = \frac{s_i \cdot \sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^p s_i^2}},$$

где је:

p – број лабораторија,

s_i – унутарлабораторијска стандардна девијација i -те лабораторије,

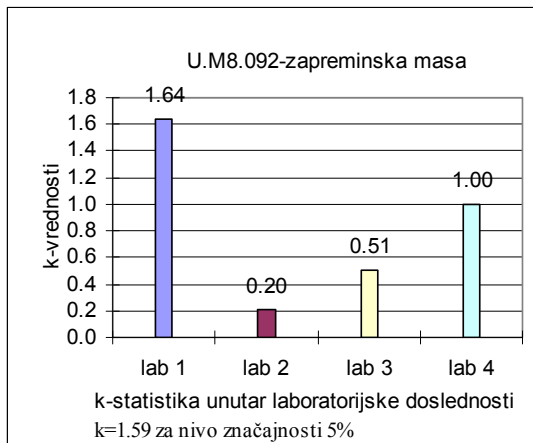
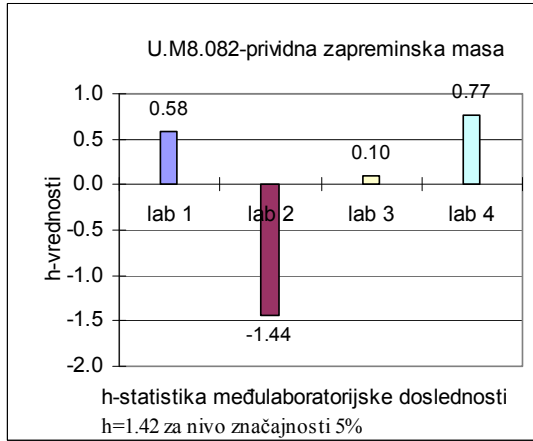
$$s_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_i} (X_{ij} - X_{isr})^2}{n_i - 1}},$$

X_{ij} – појединачни резултат, и

n_i – број поновљених испитивања у i -тој лабораторија.

Добијене „ h “ и „ k “ вредности наносе се на дијаграм, чијом анализом се могу уочити различити облици. Уколико једна лабораторија

има „h“ вредности једног знака, а остале лабораторије „h“ вредности другог знака, или су „h“ вредности за једну лабораторију екстремне, потребно је потражити разлог за то. Исто тако, уколико нека лабораторија има велике „k“ вредности у односу на друге, то указује да она има слабију поновљивост од осталих.



Слика 1. Пример за „h“ и „k“ дијаграме

За идентификовање усамљених или расутих вредности примењује се статистика Кошрановог теста, „C“:

$$C = \frac{s_{\max}^2}{\sum_{i=1}^p s_i^2}, \text{ где је } s_{\max}^2 \text{ највећа стандардна}$$

девијација у скупу од p стандардних девијација.

- Ако је статистика теста једнака својој критичној вредности од 5% или мања од ње, испитивана јединка се прихвата као исправна;
- Ако је статистика теста већа од своје критичне вредности, а једнака својој критичној вредности од 1% или мања од ње, испитивана јединка се назива расута;
- Ако је статистика теста већа од своје критичне вредности од 1%, јединка се назива статистички усамљена вредност.

Након статистичке анализе резултата испитивања, израчунавају се:

- општа средња вредност $X_{SR} = \frac{\sum_{i=1}^p n_i * X_{iSR}}{\sum_{i=1}^p n_i}$

- варијанса поновљивости $S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) \cdot s_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)}}$

- међулабораторијска варијанса $S_L^2 = \frac{S_d^2 - s_r^2}{n_{sr}}$,

где је:

$$S_d^2 = \frac{1}{p-1} \cdot \sum_{i=1}^p n_i \cdot (X_{iSR} - X_{SR})^2$$

$$n_{sr} = \frac{1}{p-1} \cdot \left[\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right]$$

- варијанса репродукцибилности

$$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$$

ПРИКАЗ РЕЗУЛТАТА МЕЂУЛАБОРАТОРИЈСКОГ УПОРЕДНОГ ИСПИТИВАЊА ФИЗИЧКИХ КАРАКТЕРИСТИКА АСФАЛТА

Лабораторија за путеве и геотехнику Института ИМС је организовала међулабораторијско упоредно испитивање, у циљу испитивања оспособљености лабораторија учесница путем међулабораторијског испитивања физичких карактеристика асфалта, као и ради учовавања проблема у лабораторијама и иницирања активности за њихово превазилажење.

На основу сагласности за учешће у међулабораторијском испитивању, у овом поређењу учествовале су следеће лабораторије:

- Лабораторија за путеве и геотехнику Института ИМС, Београд,
- ТПА за обезбеђење квалитета и иновације д.о.о, Београд,
- Лабораторија за коловозне конструкције-Грађевински факултет у Београду,

- Лабораторија за путеве – Грађевинско-архитектонски факултет у Нишу.

Међулабораторијско упоредно испитивање је спроведено у складу са SRPS ISO/IEC Uputstvom 43-1 [4], према коме је примењена шема међулабораторијског испитивања са подељеним узорком.

УЗИМАЊЕ УЗОРАКА ЗА ИСПИТИВАЊЕ

Асфалтна мешавина AB11s је произведена дана 07.10.2008. године на асфалтној бази предузећа “Војводинапут” – Панчево (тип Wibau, капацитета 110 t/h), а узоркована је од стране представника Лабораторије за путеве и геотехнику, иза финишера, приликом уградње у улици Браће Јовановић у Панчеву, у десној коловозној траци на профилу Р 21+20 м. За сваку лабораторију учесницу узета је количина од сса 20 kg.

МЕТОДЕ ИСПИТИВАЊА

Према Програму испитивања извршена су следећа испитивања у складу са референтним стандардима:

- SRPS U.M8.082/1967 – Одређивање привидне запреминске масе минералних и асфалтних мешавина;
- SRPS U.M8.090/1966 – Испитивање по Маршалу;
- SRPS U.M8.092/1967 – Одређивање запреминске масе узорака из застора и носећих слојева;
- SRPS U.M8.102/1967 – Одређивање гранулометријског састава минералне мешавине;
- SRPS U.M8.105/1984 – Одређивање удела битумена индиректном методом.

Резултати испитивања су обрађени према приказаној методологији и приказани табеларно.

Табела 2. Добијени резултати испитивања по лабораторијама

Лабораторија LAB	Стандард SRPS				
	U.M8.092 запреминска маса	U.M8.090 стабилност	U.M8.090 течење	U.M8.082 привидна запреминска маса	U.M8.105 садржај битумена
	kg/m ³	kN	mm	kg/m ³	% m/m
01	2293	13.0	2.6	2451	5.4
	2288	12.9	2.9	2453	5.5
	2275	11.7	3.4	-	-
02	2292	10.6	4.1	2430	5.6
	2294	11.5	4.1	2432	5.6
	2294	11.3	4.2	-	-
03	2331	11.0	2.5	2449	5.5
	2336	11.0	2.5	2445	5.5
	2336	10.5	2.7	-	-
04	2343	10.54	3.91	2452	5.80
	2332	10.8	3.63	2456	5.72
	2335	10.41	4.01	-	-

Табела 3. Добијени резултати испитивања по лабораторијама

Лабораторија	Гранулометријски састав према стандарду SRPS U.M8.102						
	Пролаз на сити (% m/m)						
	0.09 mm	0.25 mm	0.71 mm	2 mm	4 mm	8 mm	11.2 mm
01	9.9	14.6	23.7	38.6	52.2	81.7	98.6
	10.2	14.7	23.8	39.6	53.9	83.8	98.8
02	7.5	12.1	23.2	38.5	53.5	81.1	97.5
	8.1	12.9	24.2	39.8	55.2	83.1	98.2
03	9.7	15.0	23.5	40.8	54.3	82.4	98.7
	9.6	14.2	24.0	36.9	53.5	80.8	98.3
04	8.2	13.6	24.0	39.7	54.4	83.3	98.8
	8.0	12.5	23.0	39.1	56.2	84.2	98.0

Кошрановим тестом који представља тест унутарлабораторијске поновљивости утврђено је да постоји само мала разлика у унутарлабораторијским варијансама. Статистика теста „С“ је за све методе мања од своје критичне вредности од 5%, те су сходно томе сви резултати испитивања прихваћени као исправни, односно нема усамљених вредности.

Узимајући у обзир анализе „h“ и „k“ дијаграма и Кошранов тест, без обзира на постојање извесних разлика, утврђено је да су сви резултати испитивања прихватљиви за даљу анализу и да као такви могу служити за одређивање стандардних девијација у условима поновљивости и репродуцибилности.

РАЗМАТРАЊЕ РЕЗУЛТАТА У ПОГЛЕДУ ДОСЛЕДНОСТИ И УСАМЉЕНИХ ВРЕДНОСТИ

Анализом “h” и “k” дијаграма утврђено је да постоје извесне разлике по методама и лабораторијама, као и да неке вредности досежу до самих критичних вредности. Код појединих метода где је „h“ вредност за једну лабораторију једног знака, а „h“ вредности за остале лабораторије другог знака, утврђено је да постоји изван лабораторијски биас, те је сходно томе потребно да лабораторије истраже разлоге за то. Код лабораторија које имају велике „k“ вредности у односу на друге лабораторије установљено је да оне имају слабију поновљивост од осталих лабораторија.

Табела 4. Статистичка обрада података испитивања према методама

Метода/ Парамет	Стандардна девијација s _i по лабораторијама				S _r	S _R
	01	02	03	04		
U.M8.092	9.29	1.15	2.89	5.69	5.7	27.3
U.M8.082	1.41	1.41	2.83	2.83	2.6	10.6
U.M8.090-stabil.	0.72	0.47	0.29	0.20	0.47	0.95
U.M8.090-tečenje	0.40	0.06	0.12	0.20	0.25	0.76
U.M8.105	0.07	0.00	0.00	0.06	0.06	0.24
U.M8.102-0.09 mm	0.14	0.49	0.28	0.57	0.30	1.15
U.M8.102-0.25 mm	0.07	0.57	0.57	0.78	0.65	1.18
U.M8.102-0.71 mm	0.07	0.71	0.35	0.71	0.61	0.45
U.M8.102-2 mm	0.71	0.92	2.76	0.42	4.9	1.25
U.M8.102-4 mm	1.20	1.20	0.57	1.27	1.27	1.30
U.M8.102-8 mm	1.48	1.41	1.13	0.64	1.40	1.36
U.M8.102-11.2 mm	0.21	0.42	0.07	0.14	0.47	0.49

Табела 5. Приказ критичних интервала и параметра Z по методама и лабораторијама

Метода/ Парамет	CR _{0.95} =f(n)*S _r	CR _{0.95} =f(n)*S _R	Параметар Z по лабораторијама LAB			
			01	02	03	04
U.M8.092	18.7	98.2	1.0	0.7	0.8	0.9
U.M8.082	7.2	38.1	0.6	1.4	0.1	0.8
U.M8.090-stabil.	1.54	3.42	1.3	0.1	0.5	0.7
U.M8.090-tečenje	0.82	2.73	0.5	1.0	1.1	0.6
U.M8.105	0.24	0.87	0.5	0.1	0.3	0.8
U.M8.102-0.09 mm	0.83	4.10	1.0	1.0	0.7	0.7
U.M8.102-0.25 mm	1.81	4.26	0.8	1.0	0.8	0.5
U.M8.102-0.71 mm	1.72	1.62	0.2	0.1	0.2	0.4
U.M8.102-2 mm	4.90	4.50	0.0	0.0	0.2	0.2
U.M8.102-4 mm	3.55	4.57	0.8	0.2	0.2	0.8
U.M8.102-8 mm	3.92	4.89	0.1	0.3	0.7	0.9
U.M8.102-11.2 mm	1.32	1.78	0.7	1.0	0.3	0.1

У раду је приказан поступак статистичке обраде резултата међулабораторијског упоредног испитивања који је илустрован на анализи резултата међулабораторијског упоредног испитивања карактеристика асфалтних мешавина, у коме су учествовале 4 акредитоване лабораторије, а иницијатор је била Лабораторија за путеве и геотехнику Института ИМС у Београду.

ЗАКЉУЧАК

У раду је приказан поступак статистичке обраде резултата међулабораторијског упоредног испитивања који је илустрован на анализи резултата међулабораторијског упоредног испитивања карактеристика асфалтних мешавина, у коме су учествовале 4 акредитоване лабораторије, а иницијатор је била Лабораторија за путеве и геотехнику Института ИМС у Београду.

Статистичком обрадом резултата испитивања утврђено је да опсег (X_{max}-X_{min}) не прелази критични интервал CR_{0.95}, чиме је потврђена прихватљивост резултата испитивања за све коришћене методе и доказане индивидуалне

оспособљености запослених у свим лабораторијама.

Добијањем задовољавајућих вредности коефицијента одступања Z за све предметне методе испитивања потврђена је компетентност и оспособљеност свих лабораторија учесница у овом међулабораторијском испитивању.

ЛИТЕРАТУРА

- [1.] SRPS ISO 5725-2:2007, Тачност (истинитост и прецизност) метода и резултата мерења – Део 2: Основна метода за одређивање поновљивости и репродуцибилности стандардне методе мерења
- [2.] Извештај о испитивању оспособљености путем међулабораторијских испитивања физичких карактеристика асфалта (БР. 01/08 MLI), Институт ИМС, Београд, 2008.
- [3.] ISO 5725-6:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 6: Use in practice of accuracy values
- [4.] SRPS ISO/IEC Uputstvo 43-1:2004, Identično sa ISO/IEC GUIDE 43-1:1997, Испитивање оспособљености међулабораторијским поређењем, део 1: Развој и примена шема за испитивање оспособљености
- [5.] SRPS ISO/IEC Uputstvo 43-2:2004, Identično sa ISO/IEC GUIDE 43-1:1997, Испитивање оспособљености међулабораторијским поређењем, део 2: Одабир и коришћење шема за испитивања оспособљености од стране акредитационог тела