



It is shown that the developed methods of carrying out of inter-laboratory verifying tests enable to estimate accuracy of applied test methods and results of measurements.

Т. И. АКАТЬЕВА, Т. П. КУРЕНКОВА, ОАО «БМЗ»

УДК 669.21

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СЛИЧИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

В настоящее время для оценки достоверности проводимых испытаний измерительной лабораторией ЦЗЛ ОАО «БМЗ» применяются *межлабораторные сличительные испытания* (МЛС). Межлабораторные сличительные испытания в первую очередь рассматриваются не как инструмент надзора, а как возможность осознания достоверности результатов одной лаборатории в сравнении с другими. Испытания заключаются в проведении несколькими лабораториями серии измерений с применением одного или большего количества эквивалентных методов для одного постоянного материала.

Лаборатория-организатор МЛС рассылает каждой лаборатории-участнице однородный образец и указания по проведению межлабораторных испытаний. Указания содержат измеряемые характеристики, количество и частоту испытаний, количество операторов, дату предоставления результатов.

В 2011 г. лаборатория физико-механических испытаний СтПЦ-1 ОАО «БМЗ» впервые выступила в роли лаборатории-организатора проведения МЛС. Для этого был разработан алгоритм проведения межлабораторных сличительных испытаний в соответствии с требованиями стандарта СТБ ИСО 5725–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». В проведении МЛС приняли участие четыре лаборатории, среди которых были представлены лаборатории как предприятия-изготовителя, так и предприятий-потребителей металлокорда.

Для описания точности метода измерений используются два термина: «*правильность*» и «*прецизионность*». «Правильность» результатов измерений касается близости между средним арифметическим значением большого числа результатов испытаний и истинным или принятым эталонным значением. «Прецизионность» результатов измерений касается близости между результатами ис-

пытаний. Необходимость принятия во внимание «прецизионности» возникает из-за того, что испытания, выполняемые на предположительно идентичных материалах в предположительно идентичных обстоятельствах, как правило, обычно не дают идентичных результатов. Это объясняется неизбежными случайными ошибками, присущими каждой методике измерений: факторы, влияющие на исход измерений, не могут целиком и полностью контролироваться. При практическом толковании результатов измерений эта изменчивость должна обязательно приниматься в расчет.

Ошибки измерений принято разделять на ошибки, приписываемые случайным причинам (прецизионность), и ошибки, приписываемые систематическим причинам (правильность).

В случае определения физико-механических свойств материалов при проверке точности методов измерений не существует истинного значения, так как для этих целей нет эталонного материала. Таким образом, для проведения совместного оценочного эксперимента определена прецизионность метода измерений в виде стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости и смещение каждой лаборатории.

Цель проведения совместного оценочного эксперимента – сравнение результатов испытаний лабораторий друг с другом в целях повышения качества их работы.

Повторяемость – это прецизионность в условиях, при которых независимые результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени.

Воспроизводимость – это прецизионность в условиях, при которых результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах



Рис. 1. Алгоритм действий и вычислений

испытаний в различных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

Порядок работы лаборатории-организатора показан на рис. 1.

При отборе проб материала для экспериментальных исследований необходимо учитывать, чтобы проба была представительной. *Представи-*

тельная проба – это совокупность проб, отобранных от одной партии. В качестве представительной пробы в данном случае был выбран образец металлокорда конструкции 3×0,20 + 6×0,35, удовлетворяющий требованиям спецификации, от которого отбирались образцы для лабораторий-участниц в проводимом эксперименте (лаборатории зашифрованы под номерами 1, 2, 3, 4).

Таблица 1. Результаты измерений по уровням

Лаборатория <i>i</i>	Уровень <i>j</i>							
	1		2		3		4	
	диаметр, мм		разрывное усилие, Н		линейная плотность, г/100 м		прочность связи с резиной, Н	
1	1,15	1,16	1760	1750	521	522	865	907
	1,16	1,16	1750	1763	521	522	903	913
	1,16	1,16	1760	1769	522	522	930	897
	1,16	1,16	1765	1760	522	522	910	913
	1,16	1,16	1760	1759	522	522	945	893
2	1,17	1,17	1766	1751	522	522	895	931
	1,16	1,16	1752	1766	522	522	896	974
	1,16	1,17	1757	1763	522	522	971	961
	1,17	1,16	1752	1752	522	522	896	918
	1,16	1,17	1761	1763	522	522	959	954
3	1,10	1,10	1725	1738	521	522	608	633
	1,10	1,11	1731	1723	521	522	671	638
	1,11	1,11	1720	1740	521	522	549	618
	1,10	1,10	1725	1740	522	522	659	670
	1,10	1,10	1732	1734	522	522	643	702
4	1,16	1,16	1739	1743	521	521	942	886
	1,16	1,16	1740	1748	521	521	950	884
	1,16	1,16	1746	1747	521	521	908	882
	1,16	1,16	1743	1743	521	522	902	896
	1,16	1,16	1740	1745	521	522	912	866

Для обработки исходных данных была создана форма со сбалансированными по уровням результатами испытаний. В табл. 1 приведены результаты испытаний металлокорда по параметрам «диаметр», «разрывное усилие», «линейная плотность», «прочность связи с резиной», полученные в разных лабораториях.

По полученным данным лабораторных испытаний проводится оценка точности результатов лаборатории (табл. 2).

Таблица 2. Результаты оценки точности

Параметр	Межлабораторная дисперсия S_L^2	Общее среднее m	Предел повторяемости S_r	Предел воспроизводимости S_R
Диаметр	0,0009	1,160	0,0041	0,0297
Разрывное усилие	179	1748	5,85	14,61
Линейная плотность	521,6	521	0,38	0,49
Прочность связи с резиной	18780	915	29	140

После определения предела повторяемости, воспроизводимости и межлабораторной дисперсии была оценена внутренняя прецизионность и оценка смещения при помощи приемочного критерия, рассчитанного по формулам стандарта СТБ ИСО 5725-6-2002:

$$\frac{\bar{n} S_L^2 + S_r^2}{\bar{n} \sigma_L^2 + \sigma_r^2} \langle \chi^2(1-d)^{(V)} \rangle, \quad (1)$$

где S_L^2 – межлабораторная дисперсия; σ_L^2 – известная межлабораторная дисперсия; S_r^2 – дисперсия повторяемости; σ_r^2 – предварительно установленное значение отклонения повторяемости; $\chi^2(1-d)^{(V)}$ является $(1-d)$ -квантилем распределения; $\chi^2 \bar{n} V = p - 1$ – степени свободы.

Обычно принимается $d = 0,05$:

$$n \sigma^2 L + \sigma^2 r = n \sigma^2 R - (n - 1) \sigma_r^2.$$

Для оценки внутренней прецизионности в таблице по уровням вносятся данные по средним значениям и размахам (табл. 3, 4).

Таблица 3. Средние арифметические значения ячеек

Лаборатория i	Уровень j			
	1	2	3	4
	диаметр	разрывное усилие	линейная плотность	прочность связи с резиной
1	1,159	1759	521,8	908
2	1,165	1758	522,0	936
3	1,103	1731	521,7	642
4	1,160	1744	521,2	903

Таблица 4. Размахи значений ячеек

Лаборатория i	Уровень j			
	1	2	3	4
	диаметр	разрывное усилие	линейная плотность	прочность связи с резиной
1	0,01	19	1	80
2	0,01	15	0	79
3	0,01	15	1	123
4	0	9	1	84

Оценивается внутренняя (внутрилабораторная) прецизионность, а именно, размахи из табл. 4 сравниваются со стандартным отклонением повторяемости, определенной по формуле:

$$\frac{W^2}{2\sigma^2} \langle \chi^2(1-d)^{(V)} \rangle / V, \quad (2)$$

Таблица 5. Расчет внутрилабораторной прецизионности

Параметр	Лаборатория	S_r	$S_r * S_r * 2$	Размах	Размах * размах	Экспериментальное значение	Квантиль 0,05 для $V = 1$
Диаметр	1	0,0041	0,00003362	0,01	0,0001	2,974	3,841
	2			0,01	0,0001	2,974	
	3			0,01	0,0001	2,974	
	4			0	0	0,000	
Разрывное усилие	1	5,85	68,445	19	361	5,274	3,841
	2			14	196	2,864	
	3			20	400	5,844	
	4			9	81	1,183	
Линейная плотность	1	0,38	0,2888	1	1	3,463	3,841
	2			0	0	0,000	
	3			1	1	3,463	
	4			1	1	3,463	
Прочность связи с резиной	1	29	1682	72	5184	3,082	3,841
	2			73	5329	3,168	
	3			94	8836	5,253	
	4			80	6400	3,805	

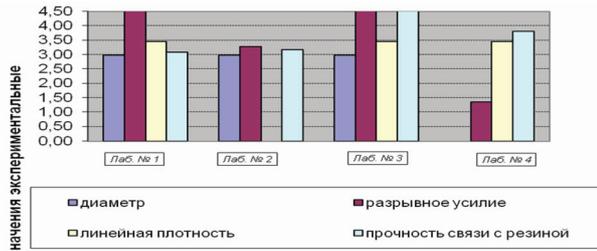


Рис. 2. Экспериментальные значения внутрилабораторной прецизионности

при $d = 0,05$ и $V = 1$

$$\chi^2 \cdot 0,95(V) / (V) = 3,841.$$

Данные приведены в табл. 5.

Для вычисленных экспериментальных значений по внутрилабораторной прецизионности каждой лаборатории строится диаграмма (рис. 2), из анализа которой следует, что по внутренней прецизионности лаборатории № 1 и 3 по параметру «разрывное усилие» вышли за границы приемочного критерия (3,841). Для лаборатории № 3 наблюдается выход за границы критерия по параметру «прочность связи с резиной».

Для выполнения оценки смещения межлабораторная дисперсия S_L сравнивается с известной межлабораторной дисперсией σ_L . Если приемочный критерий выполняется, то межлабораторная дисперсия является приемлемой, исходя из чего, делается вывод о том, что все лаборатории получили достаточно точные результаты по конкретному уровню. Если критерий не выпол-

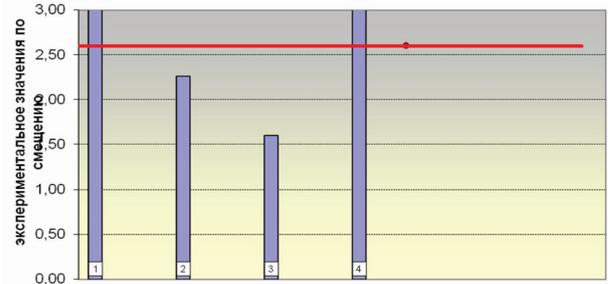


Рис. 3. Экспериментальные данные по межлабораторной совместимости: 1 – диаметр; 2 – разрывное усилие; 3 – линейная плотность; 4 – прочность связи с резиной

няется, то выбросовые результаты находятся путем вычислений значений статистики, положенной в основу критерия Граббса. Затем результаты такой лаборатории исключаются и снова определяется дисперсия для оставшихся лабораторий. Если исправленная дисперсия удовлетворяет критерию, то работа лабораторий признается удовлетворительной. Лаборатория, которая показала себя как выбросовая (или по отношению к внутрилабораторной прецизионности или по отношению к смещению), должна информироваться о результатах эксперимента и с целью улучшения работы лаборатории следует проверить ее методологию.

При $q = 0,05$ и $V = 3$ квантиль распределения равен 2,6.

Полученные экспериментальные значения по смещению приведены в табл. 6 и на рис. 3.

Далее проводится расчет критериев Граббса для определения выбросовых лабораторий (табл. 7).

Т а б л и ц а 6. Расчет межлабораторной совместимости

Параметр	n	σ_r	σ_R	S	SL^2	σL (установлен)	Экспериментальное значение	Квантиль Пирсона (табличное значение) для ($p-1$ лабораторий)
Диаметр	10	0,004	0,007	0,03	0,009	0,0003	26,0116	2,6
Разрывное усилие	10	5	10	13,24	1753	775	2,2619	2,6
Линейная плотность	10	1,17	1,18	0,5074	2,57	2	1,6052	2,6
Прочность связи с резиной	10	10	15	137	187690	1350	139	2,6

Т а б л и ц а 7. Расчет критериев Граббса для определения выбросовых лабораторий

Диаметр							
Номер лаборатории	Среднее значение	Среднее общее	$n_i - n_{cp}$	Стандартное отклонение S	Значения Граббса	Критическое значение критерия Граббса для трех лабораторий	
						1%	5%
1	1,159	1,147	0,012	0,0293	0,41	1,496	1,481
2	1,165		0,018		0,61	1,496	1,481
3	1,103		-0,044		-1,50	1,496	1,481
4	1,16		0,013		0,44	1,496	1,481
Прочность связи с резиной							
1	908	847	61	137	0,445	1,496	1,481
2	936		89		0,650	1,496	1,481
3	642		-205		-1,496	1,496	1,481
4	903		56		0,409	1,496	1,481

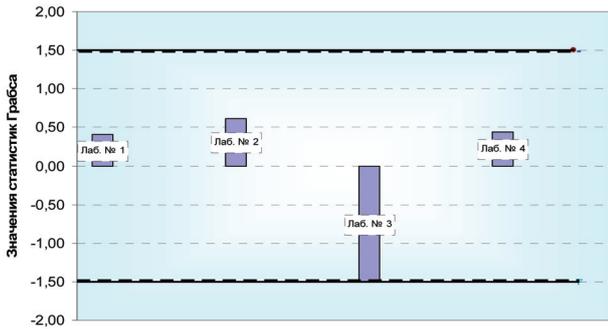


Рис. 4. Определение выбросовой лаборатории по параметру «диаметр»

Из таблицы видно, что межлабораторная дисперсия по параметрам «диаметр» и «прочность связи с резиной» неудовлетворительная. Таким образом, для выявления лаборатории с неудовлетворительной межлабораторной прецизионностью рассчитываются критерии Граббса по параметрам «диаметр» и «прочность связи с резиной». Строится диаграмма выбросовых лабораторий по критериям Граббса по параметру «диаметр» (рис. 4) и «прочность связи с резиной» (рис. 5).

Из рисунков и расчетов видно, что значение Граббса для результатов лаборатории № 3 превышает критическое, поэтому ее результаты по параметрам «диаметр» и «прочность связи с резиной» считаются выбросовыми.

Повторно проводятся расчеты по межлабораторной дисперсии по параметрам «диаметр» и «прочность связи с резиной» без результатов лаборатории № 3. Данные расчетов приведены в табл. 8 и на рис. 6.

В результате проведенных расчетов межлабораторная дисперсия по обоим показателям имеет удовлетворительные значения.

Далее определяются интервальные оценки – границы регулирования и предупреждающие границы. В математической статистике совокупность множества одинаковых объектов, которые оценивают относительно некоторого признака, называют генеральной совокупностью. Как правило, теоретический закон распределения для генеральной совокупности неизвестен. Поэтому основным источником информации о нем является выборка объема n с элементами x_1, x_2, \dots, x_n , по которому рассчитывается эмпирическое распределение $F_n(x)$ случайной величины x . Истинное значение параметра распределения генеральной совокупности нам не известно. Поэтому определяются доверительные интервальные оценки, позволяющие по выборке определить интервал, в котором с заданной воспроизводимостью находится наше искомое истинное значение (табл. 9).

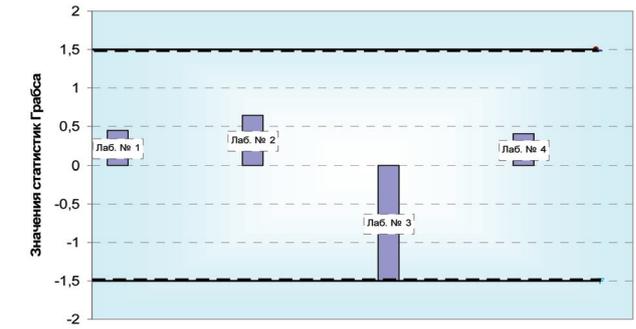


Рис. 5. Определение выбросовой лаборатории по параметру «прочность связи с резиной»

Строятся графики доверительных границ для параметров «диаметр», «прочность связи с резиной», «разрывное усилие», «линейная плотность» (рис. 7–10).

Строятся графики доверительных границ для параметров «диаметр», «прочность связи с резиной», «разрывное усилие», «линейная плотность» (рис. 7–10).

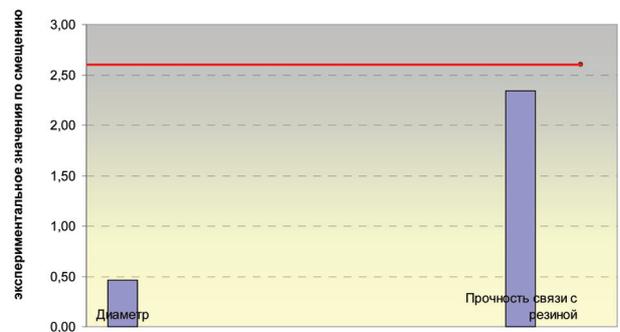


Рис. 6. Межлабораторная совместимость (смещение) без лаборатории № 3

Таблица 8. Расчет межлабораторной совместимости без результатов лаборатории № 3

Параметр	n	S_r	S_R	S	SL^2	SL^2 (установлен)	Экспериментальное значение	Квантиль Пирсона (табличное значение) для $(p-1)$ лабораторий
Диаметр	10	0,004	0,007	0,004	0,000	0,0003	0,46	2,6
Адгезия	10	10	15	17,79	3165	1350	2,34	2,6

Таблица 9. Расчет границ регулирования и предупреждающих границ

Параметр	x среднее	S_R	$S_R \cdot 2$	$sR \cdot 3$	Нижняя граница регулирования	Верхняя граница регулирования	Предупреждающая граница нижняя	Предупреждающая граница верхняя
Диаметр	1,162	0,0037	0,0074	0,0111	1,173	1,151	1,169	1,155
Разрывное усилие	1748	14,69	29,38	44,07	1792	1704	1777	1719
Линейная плотность	521,67	0,53	1,06	1,59	523,26	520,08	522,73	520,61
Прочность связи с резиной	915,4	26,42	52,84	79,26	994,66	836,14	968,24	862,56

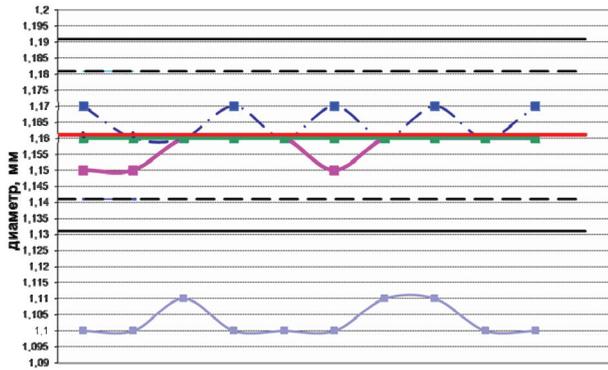


Рис. 7. Доверительные границы по параметру «диаметр»: — линейный (граница регулирования); - - - линейный (предупреждающая граница); — линейный (граница регулирования)

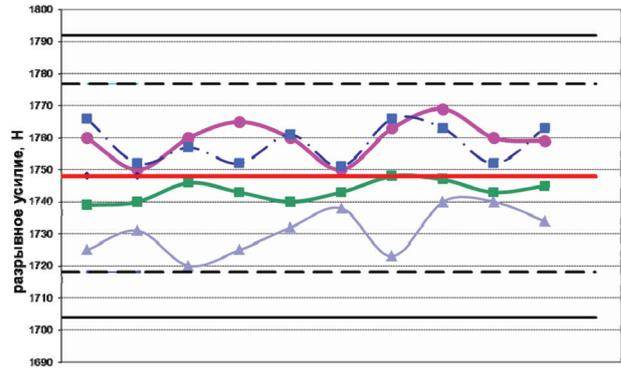


Рис. 8. Доверительные границы по параметру «разрывное усилие». Обозначения те же, что на рис. 7

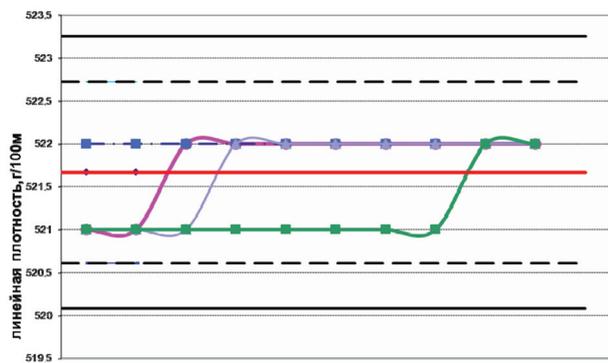


Рис. 9. Доверительные границы по параметру «линейная плотность»: — линейный (граница регулирования); - - - линейный (предупреждающая граница); — линейный (граница регулирования)

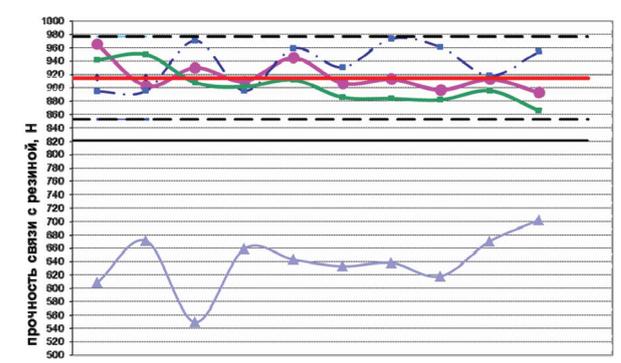


Рис. 10. Доверительные границы по параметру «прочность связи с резиной». Обозначения те же, что на рис. 9

Выводы

1. Результаты испытаний, полученные в лаборатории № 1, показали неудовлетворительную внутрилабораторную прецизионность по параметру «разрывное усилие», результаты лаборатории № 3 – по параметрам «разрывное усилие» и «прочность связи с резиной».

2. По межлабораторной сходимости лаборатории № 1, 2, 4 показали достаточно точные результаты по всем параметрам. Смещения относительно математического ожидания не обнаружено. Лаборатория № 3 по параметрам «диаметр» и «прочность связи с резиной» показала достаточно большое смещение.

Результаты совместного оценочного эксперимента были доведены до всех лабораторий-участниц для определения возможных причин установленных неудовлетворительных показателей внутрилабораторной прецизионности.

Лаборатория № 3 проинформировала, что для измерения диаметра металлокорда применялся цифровой электронный микрометр. Все остальные лаборатории проводили замеры диаметра при помощи толщиномера согласно оговоренным лабораторией-организатором условиям проведения испытаний. По параметру «прочность связи с резиной» лаборатория

№ 3 провела испытания по Н-методу (ГОСТ 14311-85), остальные лаборатории – по методу ASTM D 2229-10, также оговоренным лабораторией-организатором. Поэтому причины высокого смещения результатов лаборатории № 3 по этим показателям связаны с применением методов испытаний, не разрешенных лабораторией-организатором.

Также лаборатории № 1 и 3 должны произвести анализ выполнения измерений по показателю «разрывное усилие», установить и устранить причины неудовлетворительной внутрилабораторной прецизионности для обеспечения необходимого качества проведения лабораторных испытаний.

Таким образом, разработанная методика позволяет оценить точность применяемых методов испытаний и результатов измерений.

Участие в межлабораторных сличительных испытаниях дает возможность оценить уровень качества работы испытательной лаборатории и ее место среди других ИЛ; подтвердить метрологический уровень работы лабораторий (оценить измерительные возможности); существенно облегчить прохождение процедуры аккредитации и инспекционного контроля.